



# Signature calorimétrique de cohérence de phase quantique dans des anneaux mésoscopiques

Germain Souche

## ► To cite this version:

Germain Souche. Signature calorimétrique de cohérence de phase quantique dans des anneaux mésoscopiques. Matière Condensée [cond-mat]. Université de Grenoble, 2011. Français. NNT: . tel-01291257

**HAL Id: tel-01291257**

**<https://hal.science/tel-01291257>**

Submitted on 21 Mar 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

### DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Physique de la matière condensée et du rayonnement**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Germain SOUCHE**

Thèse dirigée par **Olivier BOURGEOIS**

préparée au sein de l' **Institut Néel, CNRS/UJF - GRENOBLE**  
et de l'**Ecole doctorale de physique de Grenoble**

## SIGNATURE CALORIMETRIQUE DE COHERENCE DE PHASE QUANTIQUE DANS DES ANNEAUX MESOSCOPIQUES

Thèse soutenue publiquement le **22 septembre 2011**,  
devant le jury composé de :

**Mr, Laurent SAMINADAYAR**

Professeur, Institut Néel, CNRS, Président

**Mr, Richard DEBLOCK**

CR1, Laboratoire de Physique des Solides, CNRS-Université Paris-sud 11,  
Rapporteur

**Mr, Ulf GENNSER**

DR2, Laboratoire de Photonique et de Nanostructures, CNRS, Rapporteur

**Mr, Hugues POTHIER**

Ingénieur-chercheur, Groupe qnantronics, Service de Physique de l'Etat  
Condensé, CEA, Examineur

**Mr, Philippe GANDIT**

DR2, Institut Néel, CNRS, Examineur

**Mr, Olivier BOURGEOIS**

CR1, Institut Néel, CNRS, Directeur de thèse

**Mr, Jérôme MARS**

Professeur, GIPSA-Lab, Grenoble INP, Invité









# Table des matières

Table des matières	iii
Table des figures	vi
Introduction	1
<b>1 Les courants permanents</b>	<b>3</b>
1.1 Introduction aux courants permanents . . . . .	3
1.1.1 Prédiction des courants permanents . . . . .	3
1.1.2 Bases théoriques . . . . .	4
1.2 Les différents modèles théoriques . . . . .	16
1.2.1 Ambegaokar et Eckern . . . . .	16
1.2.2 Kravtsov et Altshuler . . . . .	18
1.2.3 Bary-Soroker, Entin-Wohlman et Imry . . . . .	20
1.3 Résultats expérimentaux . . . . .	21
1.3.1 Mesures par SQUID . . . . .	21
1.3.2 Mesures par résonateur . . . . .	26
1.3.3 Mesures par cantilever . . . . .	28
1.4 Signature des courants permanents en chaleur spécifique . . . . .	31
1.4.1 La chaleur spécifique et le modèle de Ambegaokar et Eckern . . . . .	31
1.4.2 La chaleur spécifique et le modèle de Kravtsov et Altshuler . . . . .	33
1.4.3 La chaleur spécifique et le modèle de Bary-Soroker <i>et al.</i> . . . . .	33
1.5 Ordre de grandeur attendu pour $C_p$ . . . . .	34
<b>2 La calorimétrie ac</b>	<b>37</b>
2.1 La chaleur spécifique $C_P$ . . . . .	37
2.2 Mesure de chaleur spécifique sur des objets mésoscopiques . . . . .	39
2.2.1 Cadre théorique . . . . .	39
2.2.2 Nanocalorimétrie . . . . .	39
2.2.3 Capteur . . . . .	43
2.3 Mesure de calorimétrie ac à très basse température . . . . .	47
2.3.1 La chaîne de mesure . . . . .	47
2.3.2 Caractérisation du capteur . . . . .	50

---

<b>3</b>	<b>Résultats expérimentaux</b>	<b>53</b>
3.1	Travail à très basse température . . . . .	53
3.1.1	Température réelle sur la membrane . . . . .	53
3.1.2	Effet de chauffage sous champ magnétique . . . . .	57
3.1.3	Bruit de mesure . . . . .	58
3.2	Protocole expérimental . . . . .	59
3.2.1	Les objets . . . . .	59
3.2.2	Périodicité en chaleur spécifique attendue . . . . .	60
3.2.3	Mesures sous champ magnétique, protocole d'acquisition . . . . .	61
3.2.4	Magnétorésistance du thermomètre de la membrane . . . . .	63
3.2.5	Effet de la température . . . . .	64
<b>4</b>	<b>Traitement du signal</b>	<b>65</b>
4.1	Fonctions utilisées . . . . .	65
4.2	Suppression de la tendance . . . . .	66
4.3	Analyse des signaux mesurés . . . . .	70
4.4	Traitement du module du signal, sensibilité de la mesure . . . . .	71
4.5	Traitement de la phase du signal . . . . .	74
4.6	Premières conclusions . . . . .	77
<b>5</b>	<b>Etude d'un réseau hexagonal supraconducteur</b>	<b>79</b>
5.1	Frustration magnétique dans un réseau hexagonal . . . . .	79
5.2	Protocole expérimental . . . . .	81
5.2.1	Echantillon étudié . . . . .	81
5.2.2	Installation expérimentale . . . . .	82
5.2.3	Périodicité en chaleur spécifique attendue . . . . .	83
5.3	Résultats expérimentaux . . . . .	84
5.3.1	Transition normal-supraconducteur . . . . .	84
5.3.2	Mesure du module et de la phase sous champ magnétique . . . . .	85
5.3.3	Influence de la température sur les oscillations observées . . . . .	86
5.3.4	Influence du temps d'intégration sur les oscillations observées . . . . .	88
5.3.5	Influence du pas en champ sur les oscillations observées . . . . .	89
5.4	Traitement du signal . . . . .	90
5.4.1	Protocole . . . . .	90
5.4.2	Résultats . . . . .	90
5.5	Conclusions . . . . .	93
	<b>Conclusion</b>	<b>96</b>
	<b>A Tableau récapitulatif sur les courants permanents</b>	<b>99</b>
	<b>B Echantillons mesurés</b>	<b>101</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>102</b>

---

# Table des figures

1.1	Anneau de périmètre $L$ traversé par un flux $\phi$ . . . . .	4
1.2	En pointillé : spectre d'énergie d'un anneau 1D sans désordre. En continu : spectre d'énergie d'un anneau 1D avec désordre. . . . .	6
1.3	Périodicité du courant en fonction du flux magnétique et de la parité du nombre d'électrons. a)Cas de $N$ impair b)Cas de $N$ pair c)Moyenne des deux cas. . . . .	9
1.4	Spectre d'énergie d'un anneau 3D en présence de désordre. . . . .	10
1.5	Effet du taux d'impureté sur la température de transition et l'amplitude des courants permanents. . . . .	21
1.6	Dépendance en champ de la seconde et troisième harmonique de l'aiman- tation du système. . . . .	23
1.7	Différentes étapes de traitement du signal brut mesuré pour un anneau de $1,4\mu m, 6\mu m$ de dimensions. a)Signal brut à la fréquence $f$ (les flèches in- diquent les maximums du signal périodique) b)Signal a) dont le background a été soustrait c)Signal à la fréquence $2f$ (sans background) d)Densité spec- trale du signal b). . . . .	24
1.8	Transformée de Fourier de la résistance de l'anneau. Les points noirs corres- pondent au signal expérimental et les points blancs au bruit de l'expérience. . . . .	25
1.9	Transformée de Fourier du courant permanent. Les points noirs corres- pondent au signal expérimental et les points blancs au bruit de l'expérience. . . . .	25
1.10	Dépendance en température de l'amplitude des courants permanents tra- versant les anneaux. . . . .	26
1.11	Image MEB du système expérimental (résonateur et anneaux). . . . .	27
1.12	(a) Image MEB de la partie inductive du résonateur avec les anneaux d'Ar- gent, (b) Image MEB d'un des anneaux, (c) Schéma du résonateur avec la partie capacitive à gauche et la partie inductive à droite. . . . .	27
1.13	(A) Schéma du cantilever utilisé, (B) et (C) Images MEB des cantilevers et des anneaux déposés à leurs extrémités. . . . .	28
1.14	Signal obtenu pour un ensemble de 1680 anneaux de 308nm de diamètre. . . . .	29
1.15	Traitement du signal obtenu pour une assemblée d'anneaux de 308nm de diamètre à 365mK. . . . .	29
1.16	Traitement du signal obtenu pour un anneau unique de 418nm de diamètre à 365mK. . . . .	30
1.17	Variation de la chaleur spécifique en fonction du champ magnétique et de $t = T/T_0$ (à gauche) et de la température (à droite). . . . .	32



---

1.18	Variation de $C(\phi) - C(0)$ en fonction de la température pour différentes valeurs de $s$ . . . . .	34
2.1	Schéma du principe de la capacité calorifique. . . . .	37
2.2	$K$ représente la fuite thermique de la membrane vers le bain thermique. . .	40
2.3	Profil de température de la membrane. . . . .	42
2.4	Schéma du capteur thermique. . . . .	43
2.5	Image MEB de la membrane du capteur. . . . .	43
2.6	Schéma de la membrane amincie en face arrière. . . . .	44
2.7	Variation de la résistance du thermomètre en fonction de la température. .	46
2.8	Sensibilité $\alpha$ calculé en fonction de la température. . . . .	46
2.9	Image MEB d'un anneau de 600nm de diamètre. . . . .	46
2.10	Image MEB d'un champ d'anneau lithographié sur la membrane. . . . .	46
2.11	Photographie du porte échantillon. . . . .	47
2.12	Schéma de principe de la chaîne de mesure . . . . .	48
2.13	Décalage en phase de la chaîne de mesure. . . . .	49
2.14	Tracé de la tension $V_{th}$ aux bornes du thermomètre en fonction du courant $I_{th}$ qui le traverse. . . . .	51
2.15	Tracé de $\omega\delta T_{ac}$ en fonction de la fréquence $\omega$ de l'alimentation du chauffage. .	51
2.16	Histogramme de répartition du bruit du signal par rapport à sa valeur moyenne. . . . .	52
3.1	Variation de la chaleur spécifique en fonction de la température de régulation. .	54
3.2	Rapport entre la température réelle sur la membrane et la température $T$ de régulation du cryostat. . . . .	54
3.3	Ratio $\rho$ (lignes continues) et rapport entre $\delta Tdc_2$ et $\delta Tdc_1$ (lignes pointillées) en fonction de $\beta$ pour $\omega\tau_1 = 5$ (en rouge) et $\omega\tau_1 = 10$ (en bleu). . .	56
3.4	Variation de la chaleur spécifique en fonction de la température pour un capteur présentant des bras de suspension de $200\mu m$ . . . . .	57
3.5	Variation de la température de régulation au cours du temps lors de la variation en champ magnétique. . . . .	58
3.6	Zoom sur la variation de température au cours du 29 Juin 2008. . . . .	58
3.7	Mesure de bruit à $T=75mK$ et $T=5.34K$ . . . . .	59
3.8	Fonction d'intercorrélation entre le module et la phase du signal à $T=75mK$ et $T=5.35K$ . . . . .	59
3.9	Circulations possibles des courants dans un anneau. . . . .	61
3.10	Variation de la chaleur spécifique en fonction du champ magnétique. . . . .	62
3.11	Variation de la résistance du NbN en fonction du champ magnétique. . . .	63
4.1	Chaîne de traitement des signaux étudiés. . . . .	65
4.2	Densité spectrale appliquée à une courbe $C(H)$ . . . . .	67
4.3	Densité spectrale appliquée à une courbe $C(H)$ (en bleu) et à sa régression polynomiale de degré 3 (en rouge). . . . .	68
4.4	Densité spectrale appliquée à une courbe $C'(H) = C(H) - fit[C(H)]$ . . . .	68
4.5	Densité spectrale appliquée à une courbe $C'(H) = C(H) - emd[C(H)]$ . . .	69

---

4.6	Comparaison des fits de tendance réalisé par régression polynomiale (en bleu) et par EMD (en rouge). . . . .	70
4.7	Autocorrélation et densité spectrale de puissance appliquée au module et à la phase d'un signal $C(H)$ unique. . . . .	71
4.8	Moyenne sur l'ensemble des $C(H)$ traités. . . . .	72
4.9	Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des $C(H)$ traités à $T=100\text{mK}$ . .	72
4.10	Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des $C(H)$ traités à $T=100\text{mK}$ . .	73
4.11	Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des $C(H)$ traités à trois températures différentes. . . . .	74
4.12	Variation de la phase en fonction du champ magnétique. . . . .	74
4.13	Densité spectrale appliquée à une courbe $\tan\phi(H)=\tan\phi(H)-\text{fit}[\tan\phi(H)]$ . .	75
4.14	Moyenne des DSP calculées pour le module (en bleu) et la phase (en rouge) en fonction du champ magnétique à $T=100\text{mK}$ . . . . .	75
4.15	Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des $\tan\phi(H)$ traités à trois températures différentes. . . . .	76
5.1	Variation de la température critique en fonction du champ magnétique. . .	80
5.2	Image MEB du réseau hexagonal supraconducteur étudié. . . . .	81
5.3	Image MEB d'une cellule du réseau hexagonal supraconducteur étudié. . .	82
5.4	Schéma du cryostat à hélium 3. . . . .	83
5.5	Variation de $C$ en fonction de la température à champ magnétique nul. . .	84
5.6	Zoom sur la zone de transition. . . . .	84
5.7	Variation de $C$ en fonction de la température sous champ magnétique. . . .	85
5.8	Variation de $C$ en fonction du champ magnétique $H$ . . . . .	85
5.9	Variation de $\varphi$ en fonction du champ magnétique $H$ , à une température très proche de $T_C$ . . . . .	86
5.10	Variation de $C$ et $\varphi$ en fonction du champ magnétique $H$ , à une température $T=800\text{mK}$ . . . . .	87
5.11	Variation de $\varphi$ en fonction du champ magnétique $H$ à $T=2\text{K}$ . . . . .	87
5.12	Variation de la périodicité en fonction de la température. . . . .	88
5.13	Variation de la périodicité en fonction du temps d'acquisition pour chaque point en champ. . . . .	89
5.14	Variation de la phase en champ pour deux pas différents : $0.116\text{mT}$ (à gauche) et $0.233\text{mT}$ (à droite). . . . .	90
5.15	Représentation temps-fréquence de la périodicité d'un signal $\varphi(H)$ . . . . .	91
5.16	Mise en évidence de la présence d'une fréquence secondaire dans la distribution de Wigner-Ville. . . . .	92
5.17	Saut en fréquence. . . . .	92
5.18	Composante complexe de la chaleur spécifique. . . . .	93
5.19	Composantes complexes $C'$ et $C''$ de la chaleur spécifique en fonction de la fréquence de travail $\omega$ . . . . .	94



# Introduction

Cette thèse a pour cadre la physique mésoscopique. C'est un domaine qui s'intéresse à une échelle de taille intermédiaire entre l'atome et le macroscopique où les objets commencent à développer des propriétés inédites. En effet, à mesure que les dimensions des objets diminuent et se rapprochent des grandeurs physiques caractéristiques, ces dernières prennent de l'importance et peuvent alors déboucher sur des comportements remarquables. Pendant longtemps, les propriétés de tels objets ne furent considérées que sur des bases purement théoriques. De nos jours, les avancées techniques permettent d'aller explorer cet univers et un foisonnement d'études sur les systèmes mésoscopiques en a découlé.

L'une des grandeurs primordiales dans de tels systèmes est la longueur de cohérence de phase. Pour certaines géométries comme des anneaux ou des cylindres, des interférences de phase peuvent advenir modifiant ainsi les propriétés électroniques des objets. L'une des conséquences est que des courants non dissipatifs peuvent apparaître au sein de ces objets. Ils sont appelés courants permanents. Il s'agit d'une problématique complexe qui a été beaucoup étudiée mais qui n'a eu de cesse de voir les contradictions se multiplier entre les différents champs d'investigation. En effet, au fil des ans de nombreuses réalisations autant expérimentales que théoriques sont apparues mais elles se sont très vite confrontées les unes aux autres soulignant certaines incompatibilités. Ainsi les modèles théoriques initiaux cherchant à lever le voile sur l'origine du phénomène proposaient une amplitude et un signe des courants qui se sont révélés en décalage par rapport aux résultats expérimentaux.

Le travail effectué au cours de ces années de thèse aspire à apporter sa contribution à l'ensemble des recherches menées dans ce domaine. Il vise à aborder la problématique avec un œil nouveau qui, nous l'espérons, produira de nouveaux éléments susceptibles de faire progresser la compréhension du sujet. Nous avons décidé de chercher à mesurer la présence des courants permanents dans des anneaux métalliques mésoscopiques d'un point de vue thermique, en enregistrant les variations de chaleur spécifique des anneaux. Les aspects thermiques liés aux courants permanents n'ont que très peu été abordé de par les difficultés expérimentales intrinsèques à ce type de mesure. Une signature due aux courants permanents devrait apparaître sur le signal de chaleur spécifique. Une telle mesure n'a jamais été tentée et représente un réel défi expérimental. C'est ce que nous nous sommes efforcés d'atteindre. Il s'agit là d'un angle d'approche original car le point de vue thermique n'est généralement que peu utilisé de nos jours dans les nombreux champs de

---

la physique. L'équipe Thermodynamique des petits systèmes de l'Institut Néel au sein de laquelle cette thèse s'est déroulée est spécialisée dans ce secteur et y a acquis un savoir-faire mondialement reconnu. Cette démarche s'appuie sur l'expertise de l'Institut Néel dans les domaines de la cryogénie, de la nanofabrication, de l'électronique,...

Enfin, cette thèse s'est déroulée dans le cadre de l'ANR Quantherm. Les trois premières années ont été financées par la région Rhône-Alpes, la dernière année par l'ANR Quantherm.

Dans un premier temps, ce manuscrit retracera l'historique des travaux exécutés sur les courants permanents, de leur prédiction aux mesures qui ont été effectuées, en passant par les différents modèles cherchant à décrire leur comportement.

Nous nous intéresserons ensuite, dans le deuxième chapitre, à l'approche thermique par chaleur spécifique telle que nous l'avons choisie. Nous en retracerons l'origine et en expliquerons l'intérêt physique. Ceci présenté, nous nous occuperons de la mesure de chaleur spécifique en elle-même en détaillant la technique de calorimétrie ac que nous avons utilisée et décrirons l'environnement expérimental dans lequel nous avons évolué pendant cette thèse. L'ensemble des aspects autant électroniques que cryogéniques seront abordés. Dans la troisième partie, nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus sans omettre par souci d'honnêteté les difficultés que nous avons rencontrées ainsi que les solutions que nous avons apportées.

Les mesures ont générées des quantités de données très importantes. L'utilisation d'outils propres au traitement du signal a été nécessaire afin de faire ressortir des données physiques pertinentes. Ce travail a été réalisé en collaboration avec le GipsaLab de Grenoble, il sera exposé dans le quatrième chapitre.

Pour finir, dans le cinquième et dernier chapitre de cette thèse, nous élargirons l'approche par calorimétrie ac à un autre phénomène mésoscopique survenant dans des réseaux supraconducteurs et présentant des similitudes avec le cas des courants permanents. Nous détaillerons le problème et nous commenterons les fruits de nos expériences. Ceci a pour but d'obtenir une vision plus affinée de l'étude des questions mésoscopiques par calorimétrie ac.

---

# Chapitre 1

## Les courants permanents

### 1.1 Introduction aux courants permanents

#### 1.1.1 Prédiction des courants permanents

L'impressionnant développement de la nanofabrication au cours des dernières décennies a permis de fabriquer et d'étudier des objets de taille mésoscopique et a donc provoqué un essor considérable de la physique liée à ce domaine. Rappelons que la physique mésoscopique est la physique des systèmes dont les dimensions sont du même ordre de grandeur que les grandeurs caractéristiques physiques dudit système (longueur de cohérence de phase, libre parcours moyen,...). Elle apparaît à des échelles de taille comprises entre l'échelle macroscopique et l'échelle de l'atome. A cette échelle, de nombreux phénomènes originaux apparaissent : quantification du flux dans une boucle supraconductrice, effet Aharonov-Bohm, effet Sharvin... L'un d'entre eux reste encore largement incompris. Il s'agit de l'apparition de courants non dissipatifs dans des anneaux de métal normal traversés en leur centre par un flux magnétique. Ces courants surviennent à très basses températures lorsque la longueur de cohérence de phase  $L_\phi$  des électrons de l'anneau (distance sur laquelle la phase d'un électron n'est pas modifiée par les différents chocs qu'il subit) est supérieure au périmètre de cet anneau.

La présence de courants permanents dans des molécules aromatiques à l'équilibre thermodynamique a été pour la première fois avancée par London en 1937 [1]. L'année suivante, Hund démontra leur présence dans des anneaux métalliques à suffisamment basses températures [2]. S'ensuivit alors une période sans avancée notable. Il fallut attendre 1983 pour que Büttiker, Imry et Landauer soumette l'idée de la présence, due à la présence d'interférences de type Aharonov-Bohm, de courants semblables dans des anneaux 1D constitués de métal normal diffusif [3].

Ces affirmations ont été régulièrement contestées, leurs détracteurs avançant l'argument que suite au chemin diffusif de l'électron à l'intérieur de l'anneau, tout phénomène d'in-

---

terférence serait supprimé [4, 5]. Cette analyse se révéla fausse (Nous approfondirons ce point un peu plus loin dans le manuscrit).

En 1985, les premières mesures expérimentales d'oscillations Aharanov-Bohm sont en effet réalisées sur des anneaux d'argent par Chandrasekhar *et al.* [6]. Des mesures similaires sur des anneaux d'or furent réalisées au même moment par l'équipe de Webb [7].

C'est en 1990 que les courants permanents furent mesurés expérimentalement pour la première fois. Cette mesure historique a été réalisée par Levy *et al.* sur une assemblée de dix millions d'anneaux de cuivre isolés [8]. Loin de résoudre l'ensemble des interrogations sur les courants permanents, cette mesure a au contraire posé de nouvelles questions entre autre sur l'amplitude et sur le signe des courants. Pour mieux comprendre la nature du problème, nous allons dans un premier temps nous pencher sur le modèle décrivant les courants permanents tel que développé dans les années 80 d'abord pour un anneau 1D idéal (sans désordre) puis dans le cas réel d'un anneau 3D dans le régime diffusif avec ou sans interaction électronique.

### 1.1.2 Bases théoriques

#### Système 1D diffusif

Pour commencer, abordons donc la question en regardant le cas simple d'un anneau unidimensionnel de périmètre  $L$ , constitué d'un métal normal et traversé perpendiculairement en son centre par un flux magnétique  $\phi$  (fig. 1.1 [9]).

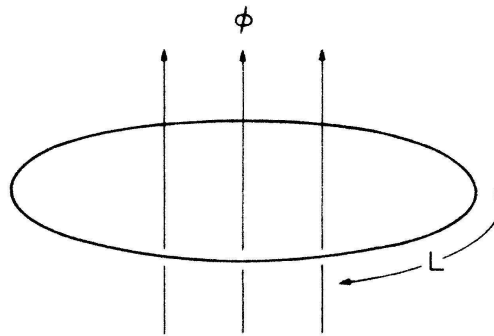


FIG. 1.1 – Anneau de périmètre  $L$  traversé par un flux  $\phi$ .

Les électrons à l'intérieur de l'anneau sont décrits par une fonction d'onde  $\Psi$  qui suit, de par la géométrie du problème, la condition aux limites :  $\Psi(x + L) = \Psi(x)$  (cette condition implique une quantification des niveaux d'énergies). Les électrons obéissent à l'hamiltonien suivant :

---

$$H = \frac{1}{2m} \left[ \vec{p} - e \vec{A} \right]^2 + V(\vec{r}) \quad (1.1)$$

où  $\vec{A}$  est le potentiel vecteur dû au champ magnétique extérieur auquel sont couplés les électrons,  $V(\vec{r})$  le potentiel de l'anneau et  $\vec{r}$  la distance radiale. Dans notre cas, le potentiel vecteur  $\vec{A}$  peut s'exprimer sous la forme  $\vec{A} = 2\pi\hat{\theta}\phi/L^2$  en coordonnées cylindriques [9].

L'écriture de l'hamiltonien dépendant du choix de potentiel de jauge, on peut par une transformation de jauge particulière se ramener judicieusement à l'hamiltonien d'un système similaire à l'intérieur duquel le potentiel vecteur n'apparaît pas explicitement. Si on prend donc [10, 11] :

$$\vec{A} \Rightarrow \vec{A} + \vec{\nabla} \left( \int_c \vec{A} \cdot d\vec{l} \right) \quad (1.2)$$

on obtient alors :

$$H = \frac{\vec{p}^2}{2m} + V(\vec{r}) \quad (1.3)$$

Ce changement de jauge se traduit par un terme de phase supplémentaire sur la fonction d'onde de l'électron et par l'apparition de nouvelles conditions aux limites.  $\Psi(x)$  devient  $\Psi(x) \exp \left( i \frac{e}{\hbar} \int \vec{A} \cdot d\vec{l} \right)$  et vérifie [11] :

$$\Psi(x + L) = \Psi(x) \exp \left( i \frac{e}{\hbar} \int \vec{A} \cdot d\vec{l} \right) = \Psi(x) \exp \left( 2i\pi \frac{\phi}{\phi_0^N} \right) \quad (1.4)$$

où  $\phi_0^N = \frac{h}{e}$  est le quantum de flux (noté aussi  $\Phi_0$ ).

De cette équation, on déduit que (en présence ou non de désordre) l'ensemble des propriétés physiques à l'équilibre de l'anneau, ses états propres, ses énergies propres,... sont périodiques en champ de période  $\phi_0^N$ . Il en découle également que tout champ  $\phi$  multiple de  $\phi_0^N$  sera mathématiquement équivalent à un changement des conditions aux limites du système.

Revenons maintenant au calcul des solutions de l'équation de Schrödinger  $H\psi = \epsilon\psi$  où  $H$  représente l'hamiltonien après changement de jauge. En coordonnées cylindriques  $(r, \theta, z)$ ,  $H$  peut s'exprimer sous la forme [10] :

$$H = -\frac{\hbar^2}{2m} \left( \frac{2\pi}{L} \right)^2 \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} \quad (1.5)$$



Les solutions sont alors :

$$\Psi_n(\theta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp \left[ i \left( n + \frac{\phi}{\phi_0^N} \right) \theta \right] \quad (1.6)$$

$$\epsilon_n = \frac{\hbar^2}{2mL^2} \left( n + \frac{\phi}{\phi_0^N} \right)^2 \quad (1.7)$$

avec  $n$  entier. En 1983, Büttiker *et al.* rapproche les conditions aux limites suivies par les fonctions d'ondes du système de celles satisfaites par les fonctions de Bloch  $\Psi_k$  le long d'un potentiel périodique, à travers des cellules unités de taille  $L$  [3, 12]. Cette analogie peut aisément s'appréhender en réalisant qu'un électron circulant à l'intérieur d'un anneau va subir de manière identique à chaque tour le même potentiel. Le périmètre de l'anneau jouant le rôle de cellule unité, on est donc bien en présence d'un phénomène de type potentiel périodique [13].

La correspondance entre les deux problèmes s'effectue en identifiant  $kL$  (où  $k$  est le vecteur d'onde dans l'espace réciproque et  $L$  la longueur de périodicité) avec  $2\pi \frac{\phi}{\phi_0^N}$  [3, 11, 14]. Ceci nous permet de déduire plusieurs propriétés. On peut affirmer que le spectre d'énergie des niveaux électroniques de l'anneau en fonction du champ magnétique est identique à celui des états de Bloch. Ce spectre (donné fig. 1.2 [9]) est périodique en flux (comme nous l'avons souligné précédemment) et les énergies propres sont paires en flux (leurs dérivées étant impaires). L'espacement en énergie entre deux niveaux est de  $\Delta_{1D} = 2\pi\hbar v_F/L$ .

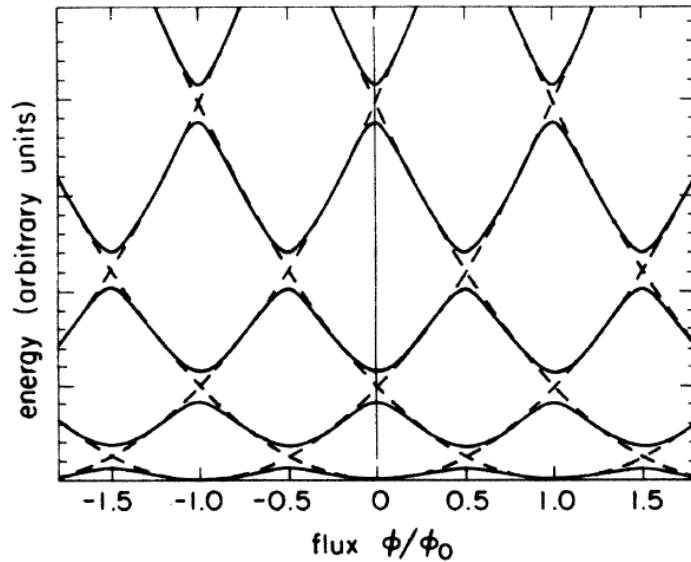


FIG. 1.2 – En pointillé : spectre d'énergie d'un anneau 1D sans désordre.  
En continu : spectre d'énergie d'un anneau 1D avec désordre.

L'expression du courant  $i_n$  sur le niveau  $n$  s'obtient en partant de l'expression de l'énergie libre  $F$  du système :

$$F = U - TS \quad (1.8)$$

$$\text{soit } dF = dU - TdS - SdT = \delta Q + \delta W - TdS - SdT \quad (1.9)$$

où  $\delta Q$  est la chaleur,  $\delta W$  le travail fourni,  $U$  l'énergie interne du système et  $S$  son entropie. ce qui s'écrit finalement dans le cas d'un processus réversible (i.e.  $\delta Q = TdS$ ) et en explicitant la somme des travaux exercés par les forces extérieures (dont le flux magnétique  $\phi$ ) :

$$dF = -SdT - pdV + \mu dN - Id\phi \quad (1.10)$$

Le courant  $i_n$  peut alors s'exprimer sous la forme :

$$i_n = -\frac{\partial F}{\partial \phi} \simeq -\frac{\partial \epsilon_n}{\partial \phi} \quad (1.11)$$

Le courant total  $I$  parcourant l'anneau est égal à la somme des courants portés par chacun des  $N'$  niveaux d'énergie [10, 15], soit :

$$I = \sum_{n=-N'/2}^{N'/2} i_n = \sum_{n=-N'/2}^{N'/2} -\frac{\partial \epsilon_n}{\partial \phi} \quad (1.12)$$

En utilisant les résultats obtenus pour des états de Bloch, on trouve que la vitesse  $v_n$  de l'électron sur le niveau  $n$  est donnée par :

$$v_n = \frac{1}{\hbar} \frac{\partial \epsilon_n}{\partial k} = \frac{L}{e} \frac{\partial \epsilon_n}{\partial \phi} \quad (1.13)$$

ce qui correspond à un courant  $i_n$  :

$$i_n = -\frac{ev_n}{L} = -\frac{\partial \epsilon_n}{\partial \phi} \quad (1.14)$$


---

or, comme on peut le voir sur le spectre d'énergie fig. 1.2,  $\frac{\partial \epsilon_n}{\partial \phi}$  présente un signe opposé pour deux niveaux consécutifs.  $i_n$  ayant une amplitude du même ordre de grandeur entre deux niveaux adjacents, les contributions de chaque niveaux vont donc s'annuler. Le courant total sera donc égal à la valeur du courant sur le dernier niveau occupé (à savoir le niveau de Fermi), soit :

$$I = -\frac{dE}{d\phi} \sim \frac{e\epsilon_F}{Nh} \sim -\frac{ev_F}{L} \quad (1.15)$$

où  $\epsilon_F$  est l'énergie du niveau de Fermi et  $v_F$  la vitesse de Fermi. Le fait que seul le dernier niveau contribue est important car cela signifie que le signe du courant va dépendre de la parité du nombre d'électrons dans l'anneau. Sachant que l'énergie du niveau  $n$  est donné par l'équation 1.7, le courant correspondant est :

$$i_n = -\frac{\partial \epsilon_n}{\partial \phi} = -\frac{2\pi e\hbar}{mL^2} \left( n + \frac{\phi}{\phi_0^N} \right) \quad (1.16)$$

En sommant comme antérieurement sur chaque niveau, on parvient au courant total qui vaudra suivant la parité :

$$I(N, \phi) = \begin{cases} \frac{eh}{mL^2} N \left( \frac{1}{2} - \frac{\phi}{\phi_0^N} \right) \geq 0 & \text{si } N \text{ est pair} \\ -\frac{eh}{mL^2} N \frac{\phi}{\phi_0^N} \leq 0 & \text{si } N \text{ est impair} \end{cases} \quad (1.17)$$

On voit clairement que cela va avoir des répercussions et va nécessiter une distinction entre le courant typique  $I_{typ}$  dans un anneau unique et le courant moyen sur d'une assemblée d'anneaux présentant un nombre arbitraire d'électrons. Ce dernier peut s'exprimer sous la forme [16] :

$$I_{moy} = \frac{ev_F}{L} \left( \frac{1}{2} - 2\frac{\phi}{\phi_0^N} \right) \quad (1.18)$$

où  $I_0 = \frac{ev_F}{L}$  est l'amplitude du courant.

Ce résultat décrit des propriétés intéressantes. En premier lieu, on se rend compte que la périodicité de  $\phi_0^N$  observée plus en amont est remplacée dans le cas d'un courant moyen par une périodicité de  $\phi_0^N/2$  (notée aussi  $\phi_0^S$ ). La figure 1.3 [10] permet de comprendre ce résultat :

Deuxièmement,  $I_{moy}$  étant positif, l'aimantation résultante  $M = I_{moy}S$  (avec  $S$  la surface de l'anneau) est dirigée suivant un sens identique au champ magnétique extérieur. Le courant moyen correspond donc à un courant paramagnétique. C'est une prédiction qui n'est pas anodine et qui aura beaucoup d'importance pour la suite.

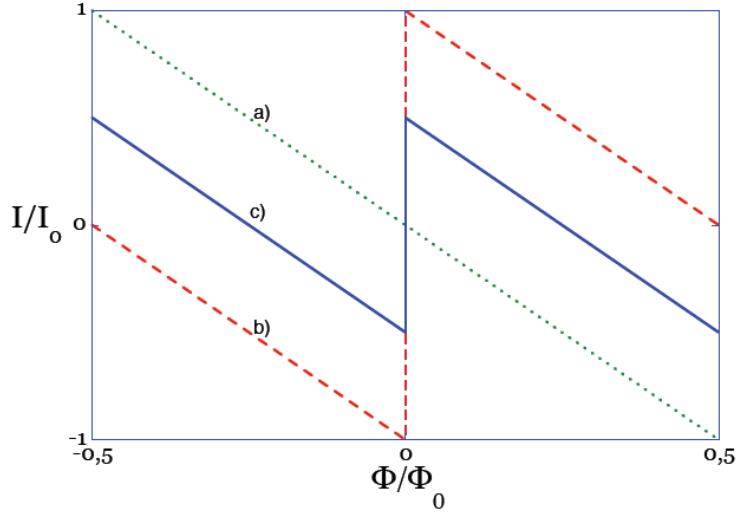


FIG. 1.3 – Périodicité du courant en fonction du flux magnétique et de la parité du nombre d'électrons. a) Cas de  $N$  impair b) Cas de  $N$  pair c) Moyenne des deux cas.

Le modèle que nous venons de présenter s'appuie sur une forte simplification du problème (1D, pas de désordre,...). Il permet néanmoins de comprendre et d'appréhender les grandes caractéristiques des courants permanents telles que la périodicité en champ ou la contribution primordiale du dernier niveau électronique occupé. Ces dernières vont rester présentes dans le cas d'un anneau réel tridimensionnel avec un désordre non nul comme nous allons le voir immédiatement.

### Système 3D avec désordre

Le postulat de départ des calculs précédents était que les électrons participant au courant permanent n'avaient qu'un unique chemin pour effectuer leur révolution à l'intérieur de l'anneau. Or, dans le cas d'un anneau 3D, il y a une multitude de trajectoires possibles. Le nombre  $M$  de ces chemins ou canaux de conduction peut être déterminé sachant que l'électron ne distinguera pas deux parcours dont la distance est inférieure à la longueur d'onde de Fermi  $\lambda_F$ . Ceci nous donne :

$$M = \frac{S}{\lambda_F^2} = \frac{k_F^2 S}{4\pi} \quad (1.19)$$

où  $S$  est la section de l'anneau. Le nombre total d'électron sera [17] :

$$N \sim k_F L M \quad (1.20)$$

Le spectre énergétique en fonction du flux magnétique  $\phi$  dans le cas réel va présenter une structure plus complexe que précédemment [16, 18] :

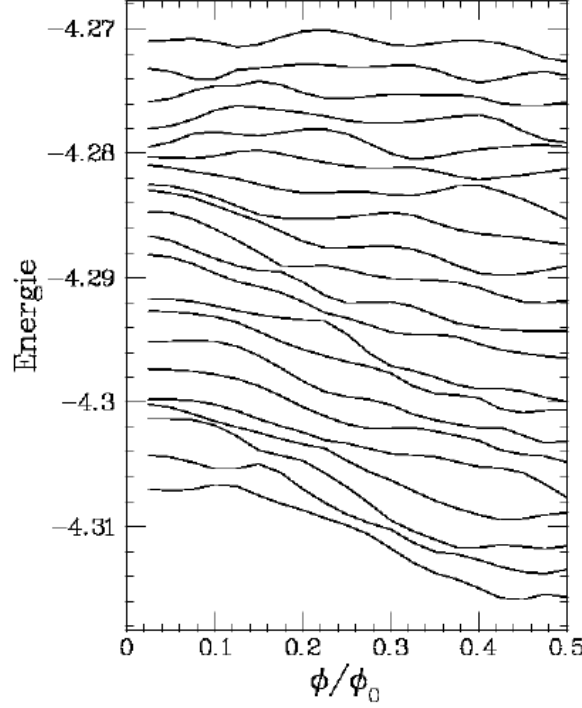


FIG. 1.4 – Spectre d'énergie d'un anneau 3D en présence de désordre.

La présence de désordre va entraîner, comparativement au cas 1D, la création de sauts d'énergie aux extrémités du spectre (pour  $\phi$  multiple de  $\phi_0^N/2$ , cf fig. 1.2). De plus, le nombre de canaux supplémentaires va entraîner la création de niveaux d'énergies supplémentaires entre chaque niveau du cas 1D. En effet, si l'on aborde le spectre tridimensionnel comme étant l'empilement de  $M$  spectres unidimensionnels, chaque niveau présentera un décalage en énergie par rapport au spectre 1D de  $\Delta E = \frac{\hbar^2 k_\perp^2}{2m}$  où  $k_\perp$  est le vecteur d'onde des états transverses. Les niveaux d'énergies en fonction du champ ne sont alors plus strictement croissant ou décroissant et présentent de nombreux maximums et minimums. L'écart moyen entre deux niveaux successifs est de [16, 9] :

$$\Delta = \frac{1}{4M} \frac{h}{L} v_F \quad (1.21)$$

De par ce faible écart, les niveaux d'énergies vont être fortement corrélés. Deux niveaux consécutifs auront leurs pentes quasiment identiques et auront tendance à se repousser. Ceci est appelé "rigidité spectrale" [10, 19] et montre que le spectre tridimensionnel n'est pas que la somme de spectres unidimensionnel. Contrairement au cas unidimensionnel, il

faudra se déplacer de plusieurs niveaux pour trouver un niveau dont le signe de la pente est opposé. L'énergie nécessaire à ce déplacement est l'énergie de Thouless  $E_C$ .

$$E_C = \frac{\hbar}{\tau_D} = \frac{\hbar D}{L^2} \quad (1.22)$$

où  $\tau_D$  est le temps caractéristique de parcours d'une trajectoire électronique et  $D$  la constante de diffusion.

Seuls les niveaux dont la différence d'énergie est inférieure à  $E_C$  interagissent donc de manière cohérente entre eux. De par les observations précédentes, on peut donc conclure que les niveaux compris uniquement dans un intervalle d'énergie de  $\frac{E_C}{\Delta}$  autour du niveau de Fermi entreront en jeu [20, 21, 22].

Avant de calculer l'amplitude du courant permanent, faisons un aparté sur le champ magnétique. Jusqu'ici, nous avons toujours considéré que le champ magnétique présent dans le système était purement extérieur à l'anneau et le traversait perpendiculairement en son centre (tel qu'il est décrit dans l'expérience d'Aharonov-Bohm). Or, en pratique, des champs magnétiques non nuls sont présents à l'intérieur de l'anneau [13, 23, 24]. Ces derniers auront une influence de telle sorte que les courants intérieurs ne seront pas exactement périodiques en  $\phi$ . Néanmoins, si le rapport entre l'aire intérieure de l'anneau et l'aire des bras est suffisant, la dépendance en  $\phi$  due au champ magnétique perpendiculaire extérieur dominera les faibles variations dues aux champ intérieurs et sera donc visible. Nous considérerons par la suite que nous sommes bien dans ce cas de figure.

Calculons donc l'amplitude du courant moyen dans le cas d'anneaux tridimensionnels avec désordre. Le courant moyen est donné par [25] :

$$I = -\frac{\partial F}{\partial \phi} \xrightarrow{T \rightarrow 0} -\frac{\partial E_0}{\partial \phi} \quad (1.23)$$

où  $F$  est l'énergie libre du système (à  $T \neq 0$ ) et  $E_0$  l'énergie de l'état fondamental à  $T = 0$ . Cette formule s'obtient en remarquant que  $\phi$  est proportionnel au vecteur potentiel  $A$  et  $\partial F / \partial A$  à la moyenne de l'opérateur courant. Or, si  $\phi$  varie faiblement au cours du temps, un champ électro-magnétique sera induit donné par  $V' = -(1/c) \frac{\partial \phi}{\partial t}$ . Le taux auquel l'énergie libre est fournie au système sera égal au produit  $I \times V'$ .

Le choix de l'ensemble thermodynamique dans lequel s'effectue le calcul du courant moyen est primordial. Des calculs précédemment réalisés dans l'ensemble grand canonique pour un désordre faible (et en l'absence d'interactions électron-électron) ont en effet abouti à une amplitude des courants permanents moyens nulle. Ces calculs ont été menés par Cheung en 1989 sur un ensemble d'anneaux diffusifs en moyennant sur les différentes configurations du désordre [25]. Ce résultat est en complète opposition avec les obser-

ventions expérimentales qui ont été réalisées et sur lesquelles nous reviendrons plus tard. L'ensemble grand canonique décrit un système où les anneaux sont connectés à un bain de particules et dont le nombre  $N$  d'électron sera donc variable suivant le flux  $\phi$  appliqué (Toutes les propriétés à l'équilibre seront données par l'intégrale de la densité d'état  $n(E)$  multipliée par la fonction de Fermi ou ses dérivées). Les moyennes d'ensemble des propriétés ne présenteront alors pas de dépendance en flux. Or, cela ne décrit pas la réalité expérimentale des différentes mesures effectuées que ce soit sur des anneaux uniques ou sur une assemblée d'anneaux. Ces derniers sont en effet principalement déposés sur un substrat hautement isolant. Le nombre d'électron ne pourra donc pas varier en fonction du flux magnétique et sera donc fixé pour chaque anneau. Par contre,  $N$  pourra varier d'un anneau à l'autre de l'ensemble. On est donc dans un cas où les propriétés macroscopiques sont identiques mais où l'arrangement individuel du désordre varie. Le système canonique (avec le potentiel chimique  $\mu$  dépendant du flux) est plus approprié à la description d'un tel système [18, 26, 13, 27, 28].

On a donc dans l'ensemble canonique :

$$I = - \left. \frac{\partial F}{\partial \phi} \right|_N = - \left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\mu} \quad (1.24)$$

où  $\Omega = F - \mu N$  est le grand potentiel dont la dérivée est calculée pour  $\mu$  constant. Pour effectuer ce calcul Imry réalise un développement limité en s'appuyant sur la dépendance en  $\phi$  de  $\mu$  [13, 29, 30, 26] :

$$\mu(\phi) = \langle \mu \rangle + \delta\mu(\phi) \quad (1.25)$$

avec  $\langle \mu \rangle$  moyenne sur une période. On obtient alors (pour  $\Delta\mu$  petit) :

$$\left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\mu} = \left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\langle \mu \rangle} + \delta\mu(\phi) \frac{\partial}{\partial \mu} \left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\langle \mu \rangle} \quad (1.26)$$

Imry applique alors la relation de Maxwell permettant d'inverser les dérivées du second terme et de faire apparaître  $(\partial\Omega/\partial\mu)|_{\phi} = -N$ , ce qui donne :

$$\left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\mu} = \left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\langle \mu \rangle} - \delta\mu(\phi) \frac{\partial}{\partial \phi} N(\langle \mu \rangle) = \left. \frac{\partial \Omega}{\partial \phi} \right|_{\langle \mu \rangle} + \left. \frac{\partial \mu}{\partial N} \right|_{\phi} \delta N \left. \frac{\partial N}{\partial \phi} \right|_{\langle \mu \rangle} \quad (1.27)$$

la dernière égalité provenant simplement de :

$$\left. \frac{\partial \mu}{\partial \phi} \right|_N = - \left. \frac{\partial N}{\partial \phi} \right|_\mu \left. \frac{\partial \mu}{\partial N} \right|_\phi \quad (1.28)$$

En moyennant sur l'ensemble, le premier terme de l'équation (1.27) va disparaître car correspondant au courant permanent moyen à  $\mu$  constant en champ ; son amplitude est négligeable. De plus, pour des particules qui n'interagissent pas entre elles,  $\partial N / \partial \mu$  correspond au premier ordre à l'inverse de l'espacement  $\Delta$  entre niveaux. Ainsi, Imry aboutit à :

$$I = -\frac{\Delta}{2} \frac{\partial}{\partial \phi} \langle \delta N_\mu^2 \rangle \quad (1.29)$$

$\langle \delta N_\mu^2 \rangle$  représente la fluctuation du nombre d'électron entre chaque anneau. Son calcul étant évalué pour  $\mu$  non dépendant de  $\phi$ , il peut-être ramené dans l'ensemble grand canonique ce qui est plus intéressant car plus facilement réalisable. A  $T=0$ , cette composante s'écrit, d'après Schmid et Altshuler (91), sous la forme :

$$\langle \delta N_\mu^2 \rangle = \int_0^{\epsilon_F} \int_0^{\epsilon_F} \langle \delta n(E_1) \delta n(E_2) \rangle dE_1 dE_2 \quad (1.30)$$

$$= \int_0^{\epsilon_F} dE \int_{-2E}^{2E} d\epsilon K(E, \epsilon) \quad (1.31)$$

où  $K(E, \epsilon)$  est la fonction de corrélation spectrale des fluctuations de la densité d'états  $\delta n$  entre deux énergies de part et d'autre d'une énergie  $E$  et dont la différence vaut  $\epsilon$  :

$$K(E, \epsilon) \equiv \left\langle \delta n\left(E - \frac{\epsilon}{2}\right) \delta n\left(E + \frac{\epsilon}{2}\right) \right\rangle \quad (1.32)$$

Cette valeur a été explicitée par Argaman en 1993 en calculant sa transformée de Fourier connue aussi sous le nom de facteur de forme spectral  $\tilde{K}(E, t)$ . Ce terme est donné par :  $\tilde{K}(t) = \frac{t}{\hbar^2} P_{cl}(t)$  où  $P_{cl}(t)$  est la probabilité qu'une particule revienne à son point de départ après un temps  $t$  [31, 32, 33]. Ceci est valide dans la limite métallique :

$$\Delta \ll E_c \ll \hbar / \tau_{el} \ll \epsilon_F \quad (1.33)$$

Après un certain nombre de considérations et d'hypothèses, ils expriment  $\tilde{K}(E, t)$  de la manière suivante :

$$\tilde{K}(E, t) = \frac{t}{(2\pi\hbar)^2} \sum_n \frac{L}{\sqrt{4\pi Dt}} \exp\left(-\frac{n^2 L^2}{4Dt}\right) \times \cos(4\pi n \phi / \phi_0^N) \quad (1.34)$$



où  $n$  est l'harmonique considérée. Elle représente physiquement le nombre de tours de l'électron dans l'anneau. On parvient alors à l'expression suivante [31] :

$$\langle I \rangle = \sum_{n \neq 0} I_n \sin(4\pi n \phi / \phi_0^N) \quad (1.35)$$

avec  $I_n$  donné par :

$$I_n \simeq \frac{\Delta}{2} \frac{4\pi n}{\phi_0^N} \int_{-\infty}^{+\infty} dt \left| \frac{\hbar}{t} \right|^2 \frac{|t|}{(2\pi\hbar)^2} \frac{L}{\sqrt{4\pi D |t|}} \times \exp\left(\frac{-n^2 L^2}{4D |t|}\right) = \frac{\Delta}{\pi \phi_0^N} \text{sgn}(n) \quad (1.36)$$

De ce résultat, nous pouvons faire plusieurs commentaires. Nous retrouvons en effet ici, comme c'était déjà le cas pour le modèle de l'anneau unidimensionnel, un courant périodique en champ de période  $\phi_0^N/2$ . Il est de plus paramagnétique (un courant positif répondra à un flux positif). Enfin, en considérant la première harmonique, on peut évaluer l'ordre de grandeur de l'amplitude de ce courant. On obtient :

$$I \sim \frac{\Delta}{\phi_0^N} \quad (1.37)$$

avec respectivement  $\Delta$  et  $\phi_0^N$  le ratio entre l'écart moyen entre deux niveaux successifs et le quantum de flux. Le calcul de cette amplitude dans le cas des systèmes expérimentaux étudiés donne une valeur extrêmement faible, valeur ne coïncidant pas avec celle mesurée.

### Courant typique $I_{typ}$

Suite à ces calculs, on peut définir une nouvelle valeur appelée courant typique  $I_{typ}$  qui correspond physiquement aux fluctuations du courant permanent.  $I_{typ} = \langle I^2 \rangle^{1/2}$  représente le courant typique créé par un électron dans un anneau unique [25]. Comme dans le cas du courant moyen, il est possible de calculer le courant typique. On a [31, 17] :

$$\langle I^2 \rangle = \left\langle \frac{\partial}{\partial \phi} E \frac{\partial}{\partial \phi'} E \right\rangle \quad (1.38)$$

A  $T = 0$ , l'énergie  $E$  peut s'énoncer sous la forme :  $\int_{-\infty}^{\epsilon_F} \epsilon n(\epsilon) d\epsilon$  avec  $n(\epsilon)$  la densité d'états qui, à l'aide d'approximation semiclassique, se formule [31, 13] :

$$n(E) = \sum_j \delta(E - E_j) = \frac{1}{\pi} \int d^d r \text{Im} G(\mathbf{r}, \mathbf{r}, E) \quad (1.39)$$

avec  $G(\mathbf{r}, \mathbf{r}, E)$  fonction de Green se comprenant comme la somme sur l'ensemble des chemins d'énergie donnée ayant un point d'arrivée identique au point de départ. En usant d'approximations, Argaman exprime la probabilité pour un électron de revenir à son point de départ après  $n$  tours comme proportionnelle à  $e^{-n^2 L^2 / 4D |t|}$ . En définitive, tout ceci débouche sur [31, 13] :

$$\begin{aligned} \langle I^2 \rangle &\simeq 4c^2 \int_0^{-\infty} d\epsilon \int_0^{-\infty} d\epsilon' \epsilon' \int_{-\infty}^{-\infty} dt e^{-i(\epsilon-\epsilon')t/\hbar} \frac{|t|}{h^2} \frac{L}{\sqrt{4\pi D |t|}} \\ &\times \sum_{n=1}^{\infty} \left( \frac{2\pi n}{\phi} \right) \exp \left( -\frac{n^2 L^2}{4D |t|} \right) \sin^2 \left( \frac{2\pi n \phi}{\phi_0^N} \right) \end{aligned}$$

d'où on extrait la  $n$ -ième harmonique du courant typique à  $T = 0$  :

$$\langle I_n(\phi)^2 \rangle = \frac{24}{\pi^2 n^3} \left( \frac{eD}{L^2} \sin \frac{2\pi n \phi}{\phi_0^N} \right)^2 \quad (1.40)$$

Pour finir, il faut considérer que l'ensemble des calculs effectués précédemment s'appuient sur des hypothèses précises qui ne seront pas toujours vérifiées lors de mesures expérimentales. La première de ces hypothèses est d'avoir considéré la température nulle ( $T = 0$ ) ce qui ne sera bien évidemment pas le cas en pratique. Une température finie aura pour effet de diminuer l'amplitude des courants permanents d'un facteur  $e^{-k_B T / E_C}$ , l'énergie de Thouless  $E_C$  étant comme nous l'avons déjà vu l'échelle d'énergie qui détermine les phénomènes de cohérence. La deuxième hypothèse concerne la taille des anneaux. Pour qu'un courant permanent apparaisse, il faut que les électrons puissent interférer entre eux à l'intérieur de l'anneau et par conséquent que la longueur de cohérence phase soit supérieure au périmètre de l'anneau. Le rapport entre ces deux grandeurs est donc primordial, l'amplitude du courant sera donc également affectée d'un facteur  $e^{-L/L_\phi}$ .

Enfin, les démonstrations effectuées se plaçaient dans le régime diffusif où  $l \ll L$  avec  $l$  le libre parcours moyen élastique. Un courant permanent existe dans le régime balistique  $l > L$  mais son amplitude est quasiment négligeable. Les métaux usuellement utilisés dans les mesures expérimentales de courants permanents satisfont aux conditions de propagation diffusive des électrons.

Ces premiers modèles furent confrontés à l'expérience en 1990 lorsque les premières preuves expérimentales des courants permanents furent réalisées par l'équipe de Levy avec une magnétométrie à SQUID [8]. Les résultats observés se sont révélés extrêmement surprenants. En effet, l'amplitude des courants mesurés était deux ordres de grandeur plus importante que la valeur théorique. De plus, le signe du courant expérimental était diamagnétique alors qu'un courant paramagnétique était attendu. Afin d'expliquer ces divergences, les modèles théoriques ont été améliorés suivant différentes approches que nous allons maintenant présenter.

## 1.2 Les différents modèles théoriques

### 1.2.1 Ambegaokar et Eckern

Aux débuts des années 90, Ambegaokar et Eckern suggèrent que la différence entre amplitude mesurée et théorique se comble en prenant en compte l'interaction électron-électron à l'équilibre qui créerait sa propre contribution aux courants permanents. Les premiers calculs de l'influence de l'interaction électron-électron ont été accomplis par Schmid en 1969 [34] avant d'être repris en 1974 par Aslamov-Larkin dans le cadre plus restrictif des fluctuations supraconductrices. Au final, ils indiquent qu'une interaction répulsive, cas d'un métal normal, entraînera une réponse paramagnétique. Le calcul plus spécifique réalisé par Ambegaokar-Eckern pour les courants permanents [35] se place dans le régime grand canonique et suppose que :

$$\hbar D/L^2 \ll \hbar v_F/L \ll \hbar/\tau_{el} \ll \epsilon_F \quad (1.41)$$

où  $\tau_{el}$  est le temps de diffusion élastique. L'inégalité  $\hbar D/L^2 \ll \hbar v_F/L$  vérifie que le système est bien mésoscopique tandis que l'inégalité  $\hbar v_F/L \ll \hbar/\tau_{el}$  permet de négliger la discrétisation des niveaux énergétiques. Le calcul suppose également que les dimensions transverses de l'anneau sont bien inférieures à  $L$ .

Le fait de se placer dans le régime grand canonique est discutable de par les commentaires effectués précédemment. Néanmoins les auteurs font remarquer que de par l'amplitude des interactions mises en jeu dans leurs calculs, le nombre moyen d'électron peut être considéré comme constant localement et comme n'étant pas sensible au champ magnétique. Le choix du régime thermodynamique n'a donc pas ici de conséquences particulières.

Ces conditions de validité étant établies, on peut s'intéresser à l'évaluation du grand potentiel thermodynamique  $\Omega$ . Celui-ci va être décomposé en deux parties :

$$\Omega = \Omega_0 + \langle V_{coul} \rangle_0 \quad (1.42)$$

avec  $\Omega_0$  le grand potentiel du système sans interaction électron-électron et  $V_{coul}$  l'interaction coulombienne écrantée prise au premier ordre. Notons qu'au premier ordre de l'interaction, l'espacement  $\Delta$  entre niveaux va être modifié comparativement au cas sans interaction et devient égal à  $E_C V_{coul}$ .

Les crochets  $\langle \rangle_0$  décrivent une moyenne thermodynamique sur l'ensemble des impuretés ce qui débouche sur des contributions du type Hartree-Fock (L'interférence entre les chemins réversibles en temps joue un rôle primordial). Une fois ces dernières explicitées, nous pouvons obtenir une expression de la première harmonique du courant moyen  $I = -\partial\Omega/\partial\phi$  :

$$I = \frac{8e}{\pi\tau_D} N(0) \bar{V} \exp\left(-\frac{T}{3T_1}\right) \sin\left(2\pi \frac{\phi}{\phi_0^N}\right) \quad (1.43)$$

où  $N(0)$  est la densité d'état au niveau de Fermi,  $T_1 = \hbar D/L^2$  et  $\bar{V} = \langle V(\mathbf{p} - \mathbf{p}', 0) \rangle$ . Cette expression du courant permanent engendré par les interactions électron-électron (qui a été également explicité par Argaman et Imry en 1993 [36]) nous donne plusieurs informations. Tout d'abord, on peut remarquer que le troisième terme de (1.43) implique une augmentation exponentielle des courants à mesure que  $T$  diminue. Ensuite, on réalise que le courant obtenu est périodique en champ de période  $\phi_0^N/2$ . Pour finir, on réalise que le courant est paramagnétique et présente une amplitude de :  $I \sim ev_F l/L^2$ . Les courants permanents moyennés affichent donc une contribution due aux interactions importante et supérieure à la contribution canonique usuelle. Pour expliquer ce phénomène, Schmid [17, 30, 37] précise que l'interaction coulombienne va avoir pour effet d'imposer dans un métal la neutralité de charge locale sur un élément de volume plus grand que la longueur d'écrantage. Ceci se modélise par un potentiel effectif qui maintient la neutralité quand le champ  $\phi$  varie. Ce maintien de la neutralité va déboucher sur une contribution plus importante que celle en vigueur jusque-là (cette nouvelle contribution est un terme proportionnel au produit de la sensibilité en champ du potentiel effectif et de la densité locale d'électrons indépendants).

Ce résultat, bien que donnant une amplitude plus élevée, se révèle quand même moindre d'un ordre de grandeur que ce qui a été mesuré expérimentalement. La prise en compte des interactions électron-électron n'explique donc pas totalement la différence d'amplitude. La théorie perturbative n'apporte donc pas de solutions entièrement satisfaisante. De plus, une analyse complète des interactions électron-électron se devrait de prendre en compte lors des calculs différents effets (tels qu'un désordre plus ou moins important) ce qui n'est pas le cas ici. Des calculs plus poussés ont été réalisés entre autres par Bouzerar en 1994 [38] sur les interactions à courte portée entre électrons. Ils ont débouché sur une diminution de l'amplitude des courants permanents et sur une influence de l'interaction coulombienne plus importante en présence de désordre. De son côté, Ramin, en prenant en compte différentes corrections aux interactions, a trouvé un résultat contradictoire puisqu'il prédit une augmentation du courant [39]. Les résultats divergents sur le sujet sont légions ; on peut ajouter à cette liste non exhaustive les calculs numériques de Kato et Yoshioka qui prédisent une suppression des courants permanents à mesure que l'interaction coulombienne augmente [40], ainsi que les travaux de Abraham et Berkovits portant sur la force des interactions à longue portée et ne prédisant aucune influence des interactions électron-électron sur l'amplitude des courants permanents [41]. Comme nous pouvons le voir, la prise en compte de l'interaction coulombienne dans le calcul des courants permanents est extrêmement discutée et abouti à des résultats aussi divers que variés. D'autres théories ont du coup émergé pour expliquer les contradictions avec l'expérience.

### 1.2.2 Kravtsov et Altshuler

De nouvelles explications ont été avancées pour expliquer la différence entre l'amplitude des courants permanents calculée théoriquement et celle observée expérimentalement. En 1993, Kravtsov a suggéré qu'un phénomène hors équilibre qui résulte de la forte connexion entre les interactions électron-électron et les phénomènes non linéaires à l'intérieur d'un champ électromagnétique (EM), est responsable de cette différence [42]. En étant soumis aux hautes fréquences d'un tel champ EM, un courant non linéaire supplémentaire (différent du courant à l'équilibre) va apparaître à l'intérieur de l'anneau.

En effet, la susceptibilité non linéaire des matériaux étant non nulle, ceci provoque la création d'un courant permanent dc en réponse au champ électrique  $E(t) = \frac{1}{2} \times (\varepsilon_\omega e^{-i\omega t} + c.c.)$  (avec  $\varepsilon_\omega$  l'amplitude du champ électrique). Ce courant dc, noté  $I_0$ , moyenné sur une grande assemblée d'anneaux ne se dissipe pas au cours du temps (contrairement au cas du courant direct à l'équilibre pour des électrons libres), et ce y compris dans le cas où les anneaux sont connectés à un réservoir électronique et ont un potentiel chimique fixé (ensemble grand canonique).  $I_0$  s'exprime sous la forme :

$$I_0 = \frac{1}{2} \{ \sigma^{(2)}(\omega, -\omega; \phi) + \sigma^{(2)}(-\omega, \omega; \phi) \} |\varepsilon_\omega|^2 \quad (1.44)$$

où  $\sigma^{(2)}(\omega, -\omega; \phi)$  est la conductivité non linéaire du matériau. Cette dernière quantité peut être exprimée à l'aide de propagateur de diffusion. Une fois ces valeurs calculées et simplifiées, on arrive à une nouvelle expression de la composante dc du courant réponse.

$$I_0(\omega; \phi) = -\frac{e}{\pi^3 \tau_D} \left( \frac{e |\varepsilon_\omega| L \tau_D}{h} \right)^2 \times \sum_{m=-\infty}^{+\infty} \frac{\kappa_m}{[(\kappa_m^2 + \alpha)^2 + \varpi^2] [\kappa_m^2 + \alpha]} \quad (1.45)$$

où  $\tau_D$  est le temps de diffusion caractéristique,  $\tau_\varphi$  le temps de rupture de phase,  $\kappa_m = m + 2\phi/\phi_0^N$ ,  $\varpi = (2\pi)^{-1}\omega\tau_D$ , et  $\alpha = \tau_D \times (2\pi\tau_\varphi)^{-1}$ .

Cette expression est une fonction impaire et périodique en flux de période  $\phi_0^N/2$ . Contrairement aux précédents modèles théoriques (1991), le courant direct  $I_0$  moyenné sur le désordre entraîne une réponse diamagnétique à un champ magnétique statique ce qui est plus conforme aux observations expérimentales.

La différence de phase entre les parcours réversibles dans le temps de deux électrons le long d'un anneau traversé par un flux magnétique  $\phi$  sera, si aucun champ EM n'est présent, indépendante des parcours et vaudra  $4\pi\phi/\phi_0^N$ . La moyenne sur le désordre ne tuera pas le terme d'interférence ce qui donnera la périodicité en  $\phi_0^N/2$  des propriétés cinétiques.

Une différence de phase  $\delta\phi$  supplémentaire et aléatoire apparaît lorsqu'un champ EM est appliqué. Elle dépendra du chemin parcouru par l'électron. Cette valeur  $\delta\phi$  peut être calculée et injectée dans l'expression de  $I_0$  calculée précédemment, ce qui donne :

$$I_0(\phi) = -\frac{e}{\pi^2\tau_D} \left(\frac{\delta\phi}{2\pi}\right)^2 I^+(\phi; \alpha) \text{ avec } \omega \gg 1/\tau_D \quad (1.46)$$

$$\text{où } I^+(\phi, \alpha) = \frac{\sin(4\pi\phi/\phi_0)}{\cosh(2\pi\sqrt{\alpha}) - \cos(4\pi\phi/\phi_0^N)}$$

Le maximum du courant de moyen  $I_0$  sera atteint pour une différence de phase  $\delta\phi = 2\pi$ . En injectant cette valeur dans (1.46), on obtient la valeur maximum de  $I_0^{max} \sim e/\tau_D$ . Cette amplitude est trois fois plus importante que celle calculée à l'équilibre sans interaction entre électrons.

Enfin, Kravtsov *et al.* remarque que pour  $2\pi\sqrt{\alpha} = L/L_\varphi(T) \gg 1$ , il y aura une décroissance exponentielle du signal qui en conséquence ne sera observable qu'à basses températures.

### Schwabb et Eckern

Restons dans le domaine de l'influence de l'environnement magnétique sur les courants permanents et évoquons ici une explication, proposée par Schwabb et Eckern, de la différence entre amplitude théorique et expérimentale qui repose sur la présence d'impuretés magnétiques à l'intérieur des anneaux [43]. Ils considèrent que la présence d'impuretés magnétiques se traduit par un potentiel de diffusion dépendant du spin. Ce dernier change à cause du processus de relaxation de spin. Les fluctuations de ce potentiel se répercutent sur les courants permanents et, toujours dans le régime diffusif, seront de l'ordre de  $\langle(\delta I)^2\rangle \sim (E_C/\phi_0^N)^2$  sur une période correspondant au temps de relaxation de spin  $\tau_K$ . La partie imaginaire de la réponse dynamique  $\chi(\omega)$  du système à un champ magnétique extérieur sera liée aux fluctuations par la formule :

$$Im[\chi(\omega \sim 1/\tau_K)] \sim \langle(\delta I)^2\rangle \frac{\hbar}{\tau_K kT} \quad (1.47)$$

Sachant que dans la limite statique, on a :  $\chi(\omega = 0) = \partial_\phi I(\phi)$ , on retrouve l'ordre de grandeur des courants permanents :  $I \sim E_C^2/(kT\phi_0^N) = \hbar^2/(\tau_D^2 kT\phi_0^N)$ .

Des articles antérieurs avaient prévu un effet de la diffusion magnétique sur les courants permanents [44, 45, 46] mais ils la considéraient uniquement en tant que perturbation rajoutée a posteriori du calcul de l'amplitude des courants et non en tant que composante intégrante de ce calcul. Schwabb et Eckern ont exploré ce cas et démontré que l'énergie libre due à la présence d'impuretés présentait une dépendance par rapport au champ

magnétique et, par voie de conséquence, entraînait la création de courants permanents spécifiques. En effet, l'énergie libre (du site de l'impureté) s'écrit :

$$\Omega = -kT \ln \left( 2 \cosh \frac{\mu_B H}{kT} \right) \quad (1.48)$$

où  $H$  est l'hamiltonien d'échange local. De par le couplage entre l'impureté magnétique et les électrons de conduction de l'anneau, l'équation (1.48) va s'en trouver modifiée et la composante relative au champ va devenir :  $2\mu_B H \rightarrow 2\mu_B H + Js^z(\mathbf{R})$ . Ce terme supplémentaire décrit le couplage spin-électron avec  $J$  la constante de couplage et  $s^z(\mathbf{R})$  la densité de spin locale.  $s^z(\mathbf{R})$  étant dépendant du flux magnétique  $\phi$ , il en sera alors de même pour  $\Omega$  et donc, se créera un courant permanent dus aux impuretés :  $I_{imp} = -\partial_\phi \Omega$ . Précisons que les conditions de validité de ce calcul sont d'une part un mouvement diffusif des électrons à l'intérieur de l'anneau et d'autre part une épaisseur de l'anneau négligeable par rapport à son périmètre ( $L_\perp \ll L$ ).

### 1.2.3 Bary-Soroker, Entin-Wohlman et Imry

Pour terminer cette revue des différentes explications des résultats expérimentaux sur l'amplitude importante et le signe des courants permanents, nous nous devons de parler de la théorie de Bary-Soroker *et al.* [47, 48]. Avant tout chose, notons que si pour un métal normal, la direction du courant permanent dépend du nombre d'électrons et du désordre, il n'en est rien dans le cas d'un anneau supraconducteur où le signe du courant sera diamagnétique quel que soit le cas considéré. Le signe diamagnétique observé expérimentalement sur des anneaux normaux sous-entend que l'interaction attractive électron-électron joue un rôle important (une interaction répulsive impliquerait un signe paramagnétique). Or c'est une interaction qui est l'un des fondements de la supraconductivité. Les interactions attractives sont donc assez faibles pour supprimer la supraconductivité mais impliquent néanmoins un courant permanent de grande ampleur. L'équipe d'Imry se propose de résoudre ce paradoxe en se basant sur le taux de rupture des paires de Cooper.

Les auteurs se placent dans le cadre d'une interaction attractive. Ils supposent la présence à l'intérieur des anneaux d'une petite quantité d'impuretés magnétiques. Celles-ci, provoquant des diffusions inélastiques spin-flip, vont jouer le rôle de briseur de paires et conduire à une baisse de la température de transition et par conséquent à la suppression de la supraconductivité (un dénouement similaire peut-être provoqué par un champ magnétique ou un système à deux niveaux mais ces cas ne seront pas abordés ici). Bary-Soroker *et al.* démontrent alors, que pour un taux de diffusion spin-flip dû aux impuretés compris entre la température de transition normal-supraconducteur (en l'absence d'impuretés magnétiques) et l'énergie de Thouless :

$$T_c^0 \leq \frac{\hbar}{\tau_S} \leq E_C \quad (1.49)$$

où  $\tau_S$  est le temps de diffusion spin-flip (diffusion inélastique), la température de transition va tendre vers zéro sans que les courants permanents en soient affectés. La figure 1.5 [47] illustre ces constations en donnant la dépendance de la température de transition et de l'amplitude des courants permanents en fonction de la force  $S$  de rupture de paire.

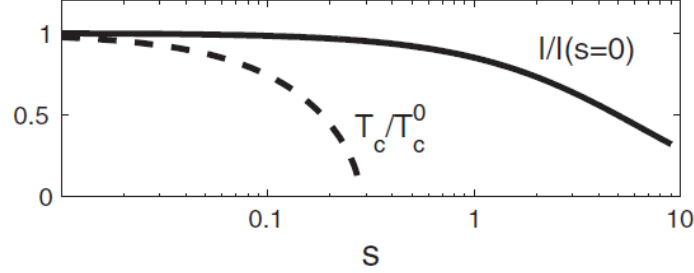


FIG. 1.5 – Effet du taux d'impureté sur la température de transition et l'amplitude des courants permanents.

Il apparaît que 1ppm d'impuretés magnétiques est suffisant pour supprimer la supraconductivité mais pas les courants permanents. Ceux-ci subiront néanmoins un effet dans leur expression qui sera alors dominé par la température de transition en l'absence d'impuretés magnétiques  $T_c^0$ . L'amplitude de l'interaction attractive entre électrons définira celle des courants permanents. Après calculs, elle est évaluée par cette méthode à :

$$I = -\frac{8e\hbar}{\tau_D} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{\sin(4\pi m\phi_0^N)}{m^2} \Lambda(m, T, T_c^0, \tau_S) \quad (1.50)$$

où  $\Lambda(m, T, T_c^0, \tau_S)$  est une fonction dépendant de la température  $T$ , de  $T_c^0$  et de  $\tau_S$ . Cette amplitude vaut approximativement  $\sim e/\tau_D$  ce qui est en accord avec la valeur expérimentale.

## 1.3 Résultats expérimentaux

### 1.3.1 Mesures par SQUID

**Courant moyen  $I_{moy}$**

La mesure des courants permanents de par leur faible amplitude et leurs conditions d'apparition a toujours été un défi expérimental. C'est en 1990 que la première mesure expérimentale historique de l'existence des courants permanents est réalisée par Lévy *et*



*al.* [8]. Cette mesure a été effectuée à basse température sur une assemblée de 10 millions d'anneaux indépendants de cuivre de forme carrée et déposés sur un substrat en saphir et traversés par un champ magnétique perpendiculaire. Les anneaux de cuivre présentent un périmètre de  $L=2.2\mu\text{m}$  et une épaisseur de  $0.55\mu\text{m}$ . Ces dimensions vérifient bien la relation  $L_\phi \gg L$  nécessaire à l'apparition des courants permanents (la longueur de cohérence de phase est évaluée à deux fois le périmètre à 1.5K). Le fait de travailler sur une assemblée d'anneau permet bien entendu d'avoir un signal plus important, plus facile à détecter. Par voie de conséquence, le courant mesuré correspondra donc au courant moyen par anneau  $I_{\text{moy}}$ . Enfin, l'échantillon est amené à basse température au moyen d'un cryostat à dilution permettant d'atteindre des températures de l'ordre de 20mK.

La technique utilisée pour mettre en évidence la présence de courants permanents est la magnétométrie à SQUID (Superconducting Quantum Interference Device). Cette technique permet de mesurer avec une très grande précision l'aimantation d'un système à très basses températures. Le SQUID en lui-même joue le rôle de détecteur supraconducteur. Il est composé de deux jonctions Josephson en parallèle à l'intérieur d'un anneau supraconducteur. Les variations de flux magnétique extérieur affecteront l'amplitude du courant traversant les zones non supraconductrices et pourront donc être détectées par une chaîne de mesure adaptée [49, 50].

Comme nous l'avons vu dans la partie théorique, une périodicité en flux  $\phi$  de période  $\phi_0/2$  des courants permanents, et donc de l'aimantation résultante, est attendue. C'est cette périodicité qui est en fait décelée lors des mesures réalisées et qui permet de distinguer la contribution magnétique due aux courants permanents de celle due aux impuretés paramagnétiques. Le magnétomètre à SQUID va permettre d'accéder à ce moment magnétique, induit par la présence des courants permanents à l'intérieur des anneaux, et de déterminer la périodicité précisément.

Pour avoir accès au signal dû aux courants permanents, il est nécessaire de réaliser la transformée de Fourier du signal d'aimantation brut obtenu. Ceci permet de mettre en évidence la présence dans le signal d'une périodicité quelconque. Il faut noter que pour se libérer de la contribution linéaire non négligeable des impuretés paramagnétiques au signal fondamental, Levy *et al.* sélectionnent les harmoniques supérieures de la fréquence du champ appliqué. D'autres apports parasites, comme un paramagnétisme non linéaire causé par la bobine de champ, ont été également écartés. Les résultats obtenus sont présentés fig. 1.6.

Les deuxièmes et troisièmes harmoniques du signal (fig. 1.6 [8]) font clairement apparaître une périodicité en champ du signal de période  $\phi = \phi_0^N/2$  ce qui est une signature des courants permanents. L'amplitude des courants trouvée est de  $I \sim 0.4nA \sim 3 \times 10^{-3} e v_F / L$  par anneau ce qui est supérieur de plusieurs ordres de grandeur à la valeur calculée théoriquement pour le modèle sans interaction électron-électron. Ils ont également observé une décroissance exponentielle des courants permanents en fonction de l'augmentation de la température. Cette décroissance a lieu sur une échelle de température correspondant aux limites de corrélations entre niveaux. Elle est expérimentalement estimée à  $E_C = \hbar D / (2L)^2 \approx 80mK$ . Pour finir, ils indiquent que le courant mesuré est diamagnétique ce qui est de nouveau en contradiction avec les prédictions théoriques.

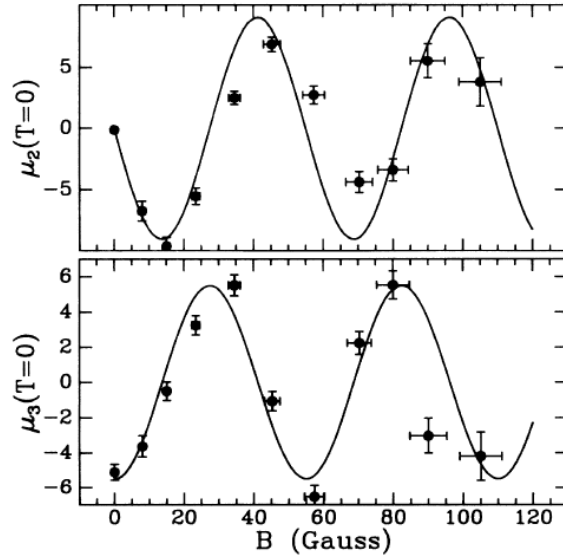


FIG. 1.6 – Dépendance en champ de la seconde et troisième harmonique de l'aimantation du système.

### Courant typique $I_{typ}$

Les mesures que nous allons présenter maintenant sont réalisées sur des systèmes composés de peu d'anneaux et même d'anneau unique. Ne bénéficiant pas de l'augmentation non négligeable du signal due à la présence d'un très grand nombre d'anneaux ; elles en sont d'autant plus remarquables et par la même d'autant plus rares. Nous parlerons ici de courant typique  $I_{typ}$ . La première étude expérimentale de ce type (et la deuxième pour les courants permanents en général) a été proposée par Chandrasekhar *et al.* en 1991 [51] et porte sur le courant permanent à l'intérieur d'un anneau d'or unique et isolé. Cet anneau est diffusif et de 60nm d'épaisseur. Deux diamètres différents ont été comparés,  $2.4\mu\text{m}$  et  $4\mu\text{m}$  respectivement ainsi qu'un anneau rectangulaire de dimension  $1.4\mu\text{m} \times 2.6\mu\text{m}$ . Ces dimensions vérifient bien évidemment les conditions mésoscopiques d'apparitions des courants permanents déjà cités. La méthode adoptée pour les mesures est analogue au magnétomètre à SQUID dont nous avons déjà parlé. Comme précédemment, un traitement sur le signal est nécessaire pour faire ressortir la présence des courants permanents. La figure 1.7 [51] résume les différentes étapes de ce traitement (pour l'anneau rectangulaire mesuré à 7.6mK).

Il en ressort une composante dépendante en champ ; une oscillation de période  $\phi_0^N$  dans les trois géométries. L'amplitude de cette oscillation est de :  $I_{typ} \simeq (0.3 - 2.0)ev_F/L$  à des températures inférieures à 100mK ce qui est un à deux fois plus grand que l'ordre de grandeur prévu par les théories. Sur la figure, la région où une oscillation de période  $\phi_0^N/2$  est attendue est représentée mais aucune signature spécifique notable n'y apparaît. Cette divergence de périodicité avec les études expérimentales présentées dans la section

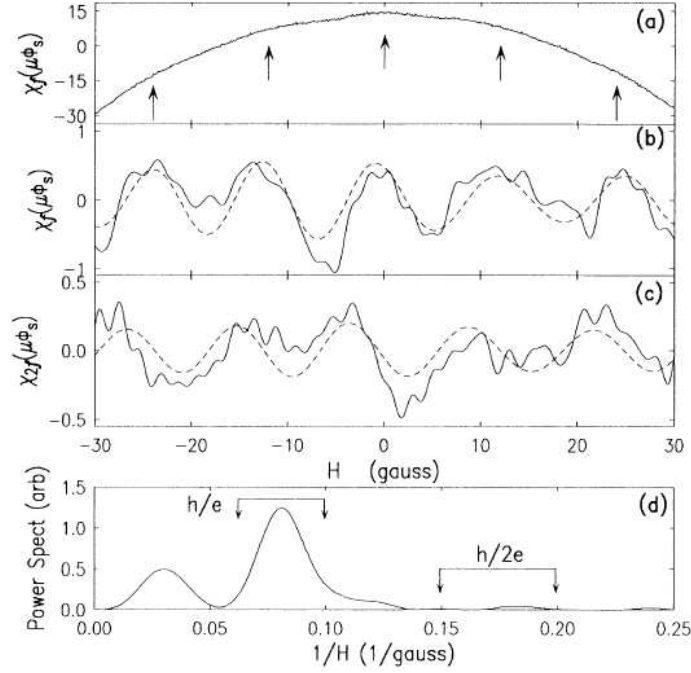


FIG. 1.7 – Différentes étapes de traitement du signal brut mesuré pour un anneau de  $1,4\mu m, 6\mu m$  de dimensions. a) Signal brut à la fréquence  $f$  (les flèches indiquent les maximums du signal périodique) b) Signal a) dont le background a été soustrait c) Signal à la fréquence  $2f$  (sans background) d) Densité spectrale du signal b).

précédente est cohérent avec les calculs théoriques puisque nous y avons montré que la moyenne sur un grand nombre d'anneau provoquait un tel changement de fréquence,  $\phi_0^N$  devenant  $\phi_0^N/2$ .

Le signal de période  $\phi_0^N$  correspond, pour les anneaux de  $2.4\mu m$  et  $1.4\mu m \times 2.6\mu m$  de diamètre, à un moment paramagnétique à champ nul. Le signe du courant pour l'anneau de  $4\mu m$  n'a pas été estimé. Le fait d'avoir le signe du courant pour seulement deux anneaux uniques n'est pas suffisant pour pouvoir généraliser ce résultat. Théoriquement, la direction du courant dans un anneau unique est estimée aléatoire et dépendante du nombre total d'électrons et du potentiel [25, 9, 17].

La seconde mesure d'un courant typique, réalisée par Mailly *et al.* en 1993 [52], porte sur un anneau de GaAlAs/GaAs semiconducteur. Ses dimensions et propriétés nous place dans le régime balistique ( $l \sim L$ ). En effet le libre parcours moyen élastique  $l=11\mu m$  est comparable au périmètre de l'anneau  $L \sim 9\mu m$ . La technique de SQUID qui a été utilisée pour concrétiser ces mesures est particulière puisque l'échantillon et le SQUID se retrouvent sur la même puce. Ceci permet de supprimer *in situ* des effets d'interférences pouvant perturber l'acquisition des résultats.

Comme dans l'expérience antérieure menée par Chandrasekhar, ils ont finalement trouvé à  $T=15mK$  un courant périodique en champ de période  $\phi_0^N$ . Un signal à la première harmonique  $\phi_0^N/2$  est présent mais d'une amplitude bien moindre. Les figures 1.8 et 1.9 [52]

donnent la transformée de Fourier de la réponse magnétique. Le fait que cette contribution n'apparaisse pas dans le spectre du bruit atteste de l'origine mésoscopique du phénomène.

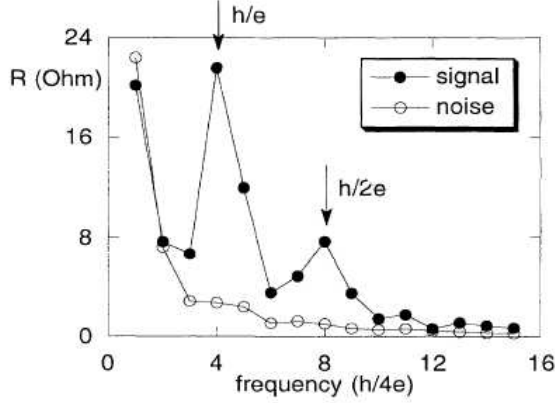


FIG. 1.8 – Transformée de Fourier de la résistance de l'anneau. Les points noirs correspondent au signal expérimental et les points blancs au bruit de l'expérience.

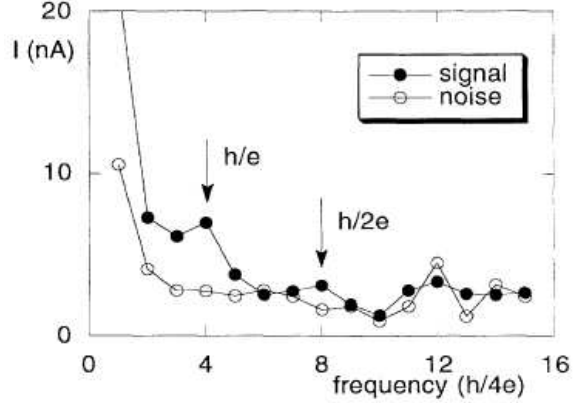


FIG. 1.9 – Transformée de Fourier du courant permanent. Les points noirs correspondent au signal expérimental et les points blancs au bruit de l'expérience.

En moyennant sur leurs différentes mesures, ils trouvent un courant de l'ordre de  $I_{typ} = 4 \pm 2 \text{ nA}$ . Ceci est en parfait accord avec la valeur théorique attendue de  $I_0 = ev_F/L = 5 \text{ nA}$ , valeur estimée en prenant en compte les paramètres d'expériences dans le cadre d'un désordre faible et d'un nombre de canaux de conduction petit.

Dans le cas d'un gaz d'électrons bidimensionnel les interactions entre électrons jouant un rôle plus important que dans un métal, l'amplitude mesurée conforme à la théorie tend à prouver que ce phénomène n'affecte pas les courants permanents et ne peut donc pas expliquer la différence d'amplitude avec les expériences précédentes.

Mailly *et al.* ont également observé une instabilité de la fréquence d'oscillation sur un temps allant de dix à quarante heures. D'après eux, un processus de relaxation lente des impuretés et ses conséquences sur le potentiel de diffusion et le niveau de Fermi [53] en serait la cause. Pour terminer, ils ont également étudié le signe du courant qui s'est découvert aléatoire probablement à cause des variations que nous venons d'évoquer.

La détection des courants permanent étant notablement ardue, il n'y a que quelques autres études publiées. On peut citer les mesures exécutées par Jariwala, Mohanty *et al.* [54, 55]. Dans cette étude, réalisée à l'aide d'un SQUID, ce sont trente anneaux d'or de  $8 \mu\text{m}$  de périmètre et  $60 \text{ nm}$  d'épaisseur qui sont étudiés. Il ne s'agit donc pas d'une étude sur un anneau unique, néanmoins, le nombre étudié reste faible. En effet, si un courant diamagnétique périodique en  $\phi_0^N/2$  est observé, une contribution de périodicité  $\phi_0^N$  apparaît également. L'amplitude de cette dernière est comparable à celle correspondant à  $\phi_0^N/2$ . L'amplitude du courant moyen par anneau est :  $I \sim eE_C/\hbar$ .

Plus récemment, Bluhm *et al.* ont eux aussi utilisés la technique du magnétomètre

à SQUID pour détecter les courants permanents circulant dans 33 anneaux d'or mais étudiés séparément. Les résultats pour différentes températures sont donnés fig.1.10 [56].

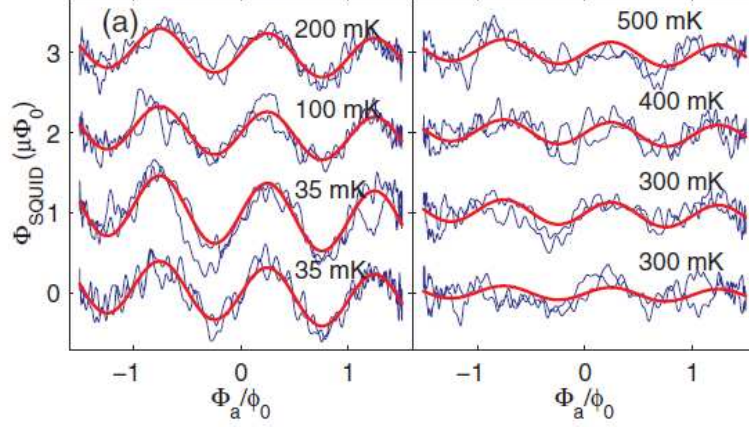


FIG. 1.10 – Dépendance en température de l'amplitude des courants permanents traversant les anneaux.

Cette étude a donné des résultats concordants avec la théorie dans le cas diffusif sur de nombreux points : la périodicité en fonction du champ de  $h/e$ , l'amplitude du courant ainsi que la dépendance en température (mesurée de 35 mK à 500 mK, cf figure). Le signe du courant est trouvé aléatoire d'un anneau à l'autre.

### 1.3.2 Mesures par résonateur

D'autres mesures sur une assemblée d'anneaux ont été réalisées mais en utilisant un système expérimental différent. L'expérience, réalisée par Reulet *et al.* [57] en 1995, utilise un micro-résonateur supraconducteur. Cette technique permet de remonter de manière non invasive aux parties imaginaires et réelles de la conductance d'un système mésoscopique. Dans l'expérience qui nous intéresse ici, les anneaux sont placés sur un résonateur multimode en niobium ce qui assure un couplage important entre les deux (fig. 1.11). En conséquence, la fréquence de résonance et le facteur de qualité du résonateur seront affectés par toute perturbation causée par les anneaux. On aura donc accès par ce biais aux courants permanents traversant les anneaux. Il faut noter que la mesure effectuée mélange les réponses électriques et magnétiques des anneaux.

D'un point de vue pratique, les mesures des courants permanents moyens ont portées sur une assemblée de  $10^5$  anneaux carrés de  $2\mu\text{m}$  de côté et composés d'une hétérostructure semiconductrice AlGaAs/GaAs. De par les caractéristiques des anneaux, le mouvement électronique est diffusif le long du parcours (et balistique dans les dimensions transverses). Les expériences ont produit des résultats similaires à ceux de Levy *et al.*, à savoir un courant périodique de période  $\phi_0^N/2$ . L'amplitude par anneau est par contre plus élevée :  $I \approx 1.5\text{nA} \approx 2E_C/\phi_0^N$ .

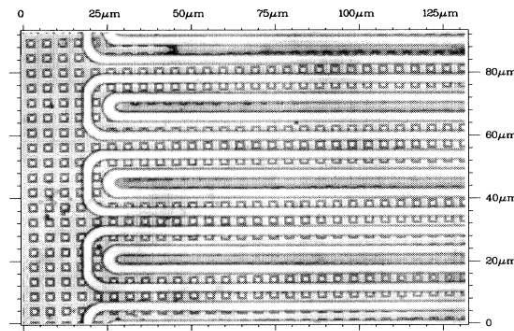


FIG. 1.11 – Image MEB du système expérimental (résonateur et anneaux).

Concernant le signe du courant, il est déterminé facilement par le signe du décalage de la fréquence de résonance. Ils ont obtenu un courant diamagnétique à champ magnétique faible. Pour expliquer ce signe qui est contraire aux prédictions théoriques, les auteurs avancent une éventuelle modification du magnétisme orbital des anneaux due aux interactions électron-électron [35].

Une technique proche a été adoptée en 2002 par Deblock, Bouchiat *et al* [58]. Ils ont couplés  $10^5$  anneaux d'argent carrés, de  $4\mu\text{m}$  de périmètre et  $70\text{nm}$  d'épaisseur, à la partie inductive d'un autre type de résonateur constitué de niobium, déposé sur un substrat en saphir (fig. 1.12) et permettant d'isoler la réponse électrique des anneaux [59].

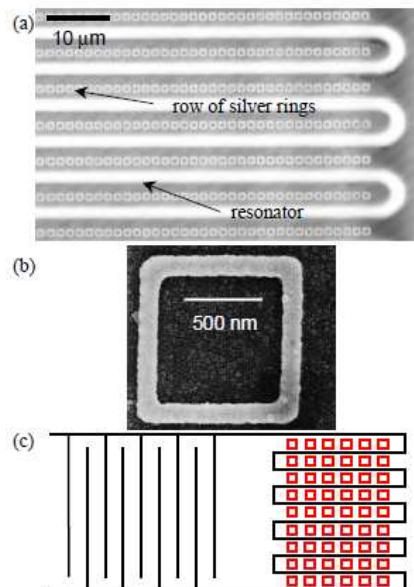


FIG. 1.12 – (a) Image MEB de la partie inductive du résonateur avec les anneaux d'Argent, (b) Image MEB d'un des anneaux, (c) Schéma du résonateur avec la partie capacitive à gauche et la partie inductive à droite

La réponse magnétique a quant à elle été évaluée séparément [60]. Après mesure, une périodicité de période  $\phi_0^N/2$  a été détectée sur les deux quantités. Néanmoins l'amplitude de la réponse électrique est supérieure d'un ordre de grandeur à celle de la réponse magnétique. La partie périodique en  $\phi_0^N/2$  de cette dernière est diamagnétique et présente une amplitude de  $0.25 \pm 0.1 \text{ nA}$ .

### 1.3.3 Mesures par cantilever

Les dernières mesures des courants permanents récemment effectuées dans le groupe de J. Harris sont spectaculaires de par la sensibilité atteinte. Elles ont été réalisées par Bleszynski-Jayich *et al.* [61]. Leur système expérimental repose sur un détecteur micro-mécanique composé d'un Cantilever en silicium sur lequel des anneaux d'aluminium sont déposés (fig. 1.13). Ce cantilever va vibrer à une fréquence  $\nu$  déterminée par un interféromètre à fibre optique pointé sur le système [62]. Cette technique permet d'atteindre une sensibilité en courant de l'ordre de  $20 \text{ pA/Hz}^{1/2}$  (pour un anneau de  $400 \text{ nm}$  de rayon sous un champ  $B = 8 \text{ T}$ ) contre une sensibilité supérieure à  $5 \text{ nA/Hz}^{1/2}$  dans le cas d'un magnétomètre à SQUID [55, 52].

Lorsque des courants à l'intérieur des anneaux se créent, cela entraîne un couple  $\vec{\tau} = \vec{\mu} \times \vec{B}$  sur le cantilever et par la même, un déplacement  $\delta\nu$  de la fréquence de résonance du cantilever. Lors de l'application d'un champ magnétique  $B$ ,  $\delta\nu$  est enregistré. De par le lien de cause à effet, le comportement de  $\delta\nu$  traduira le comportement des courants traversant les anneaux. Ainsi, la présence d'une périodicité du courant due aux courants permanents sera détectable sur le changement de fréquence de vibration du cantilever.

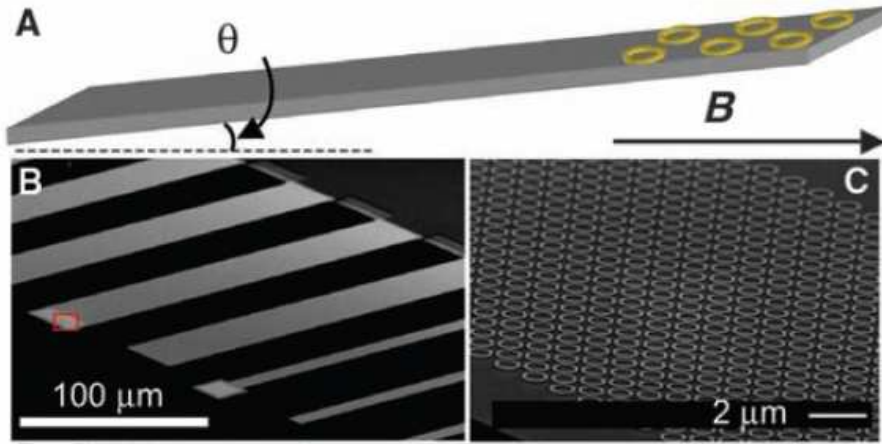


FIG. 1.13 – (A) Schéma du cantilever utilisé, (B) et (C) Images MEB des cantilevers et des anneaux déposés à leurs extrémités.

Cette technique de par sa sensibilité et sa "relative" facilité d'utilisation a permis à Bleszynski-Jayich *et al.* de faire une étude exhaustive incluant différentes configurations

(anneaux uniques, assemblée), températures et dimensions (le périmètre des anneaux allant de 308nm à 418nm). Il faut noter que les mesures ont été effectuées à fort champ magnétique (supérieur au champ critique de l'aluminium) ce qui implique que les anneaux étaient dans leur état normal. La figure 1.14 [61] montre les résultats acquis pour une assemblée de 1680 anneaux d'aluminium de 308nm de rayon, 115nm de largeur de bras et 90nm d'épaisseur, à une température de 365mK.

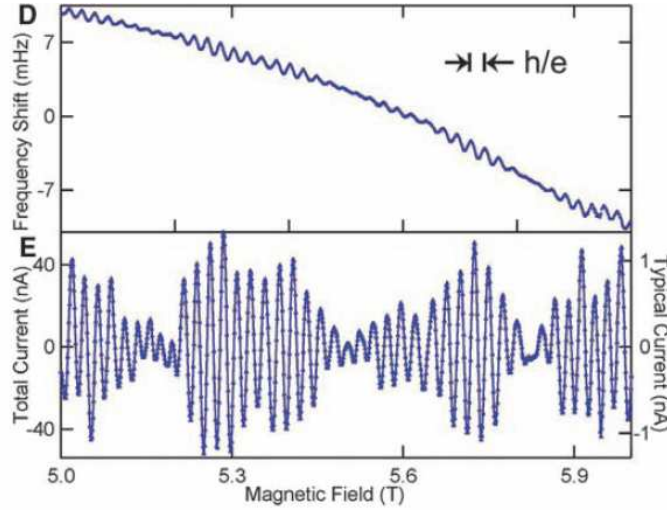


FIG. 1.14 – Signal obtenu pour un ensemble de 1680 anneaux de 308nm de diamètre.

La partie supérieure de la figure donne  $\delta\nu$  et la partie inférieure le courant correspondant, tous les deux en fonction du champ magnétique appliqué  $B$ . Une oscillation est indubitablement visible. Pour en caractériser précisément la fréquence, une transformée de Fourier a été employée (fig. 1.15).

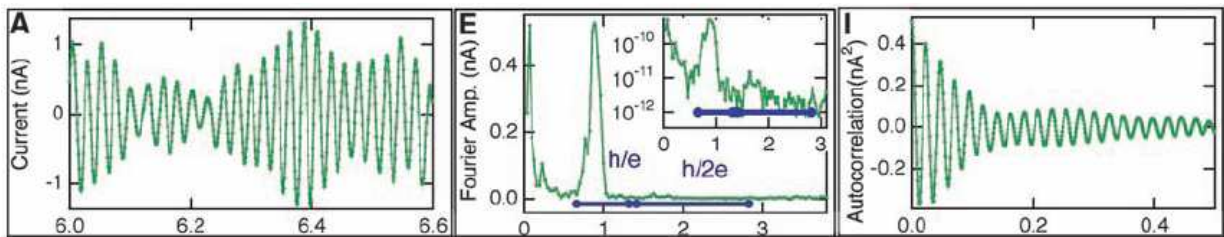


FIG. 1.15 – Traitement du signal obtenu pour une assemblée d'anneaux de 308nm de diamètre à 365mK.

Une périodicité de  $\phi_0^N = h/e$  émerge clairement. Une toute petite contribution à la seconde harmonique  $h/2e$  est détectée, ce qui est en contradiction avec une grande majorité des mesures précédentes sur une assemblée d'anneaux. Ceci peut s'expliquer de par un nombre  $N$  relativement faible comparé aux précédentes expériences.



La largeur du pic à  $h/e$  est à relier à la largeur des bras des anneaux et est donc limitée par le rayon intérieur et extérieur de celui-ci. La décroissance du signal d'autocorrélation pour de fort  $\delta B$  est provoquée par la présence de modulations aperiodiques à l'intérieur du signal.

D'après les auteurs, le signal à  $h/2e$  correspondrait uniquement à la composante aléatoire proportionnelle à  $\sqrt{N}$ . En effet, comme souligné dans leur publication, la composante non aléatoire qui devrait ressortir à  $h/2e$  (et proportionnelle à  $N$ ) dépend fortement des effets d'interactions électroniques. Or, elle voit son amplitude réduite à une très faible valeur de par les forts champs magnétiques utilisés (de 5 à 8T) et est donc inobservable. Cette expérience ne permet donc pas de tirer avec certitude de conclusions sur les différentes théories proposées.

La figure suivante 1.16 procure les résultats dans le cas d'un anneau unique de 418nm de rayon à  $T = 365\text{mK}$  :

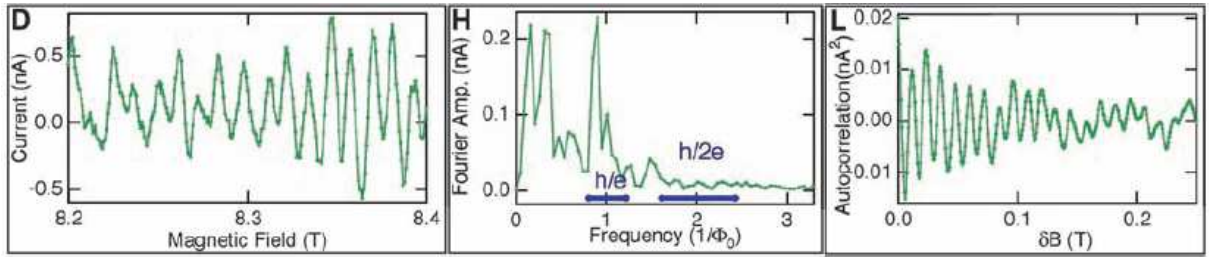


FIG. 1.16 – Traitement du signal obtenu pour un anneau unique de 418nm de diamètre à 365mK.

Il n'apparaît pas de changement frappant avec le cas d'un courant moyenné sur un ensemble d'anneaux de dimensions identiques. La périodicité du courant reste égale à  $h/e$ . De plus, une mesure en fonction de  $T$  du courant typique  $\langle I_{h/e}^2 \rangle^{1/2}$  dans les deux cas donne des valeurs identiques. Cette concordance de résultat pour un rayon donné entre une assemblée d'anneau et un anneau unique laisse à penser que les courants sont bien aléatoires d'un anneau à l'autre et augmente pour une assemblée d'un facteur  $\sqrt{N}$  (un signe non-aléatoire entraînerait une augmentation d'un facteur  $N$ ).

Une comparaison des différentes études met en évidence une diminution de l'amplitude des courants permanents à mesure que le rayon de l'anneau augmente. Ils ont également remarqué que la décroissance en température des courants permanents était plus rapide pour des anneaux de grande taille. Ces constatations sont cohérentes avec les prédictions théoriques qui prédisent une décroissance en  $1/r^2$  du signal (ce qui est en lien avec l'énergie de Thouless) [22]. De la même façon, comme annoncé théoriquement, l'amplitude du courant diminue au fur et à mesure de l'augmentation de  $T$ . Cette décroissance se superpose convenablement au modèle théorique diffusif sans interaction entre électrons. Il y a concordance visible entre les deux courbes.

## 1.4 Signature des courants permanents en chaleur spécifique

Dans les parties précédentes, nous avons abordé les différentes études qui ont été menées sur les courants permanents autant du point de vue théorique qu'expérimental. Comme nous avons pu le constater, l'origine des courants permanents est soumise à discussions. Les différentes expériences réalisées ne semblent pas en mesure de trancher en faveur de l'une ou de l'autre. L'idée maîtresse de cette thèse est d'aborder ce phénomène sous un angle inédit et innovant, sous l'angle thermique. Nous avons donc cherché à mettre en lumière la présence de courants permanents dans des anneaux d'argent par des mesures thermiques et plus particulièrement par des mesures de chaleur spécifique. Cette approche est validée par l'existence d'un lien entre la chaleur spécifique et les courants permanents mis en jeux. En effet par définition, on a :

$$C = T \left( \frac{\partial S}{\partial T} \right)_{V,N,\phi} = -T \left( \frac{\partial^2 F}{\partial T^2} \right)_{V,N,\phi} \quad (1.51)$$

or  $\partial F / \partial \phi = -I$ , on a donc :

$$\frac{\partial C}{\partial \phi} = T \frac{\partial^2 I}{\partial T^2} \quad (1.52)$$

Ainsi toute variation sur les courants le sera également sur la chaleur spécifique. Un courant constant en champ entraînera une chaleur spécifique nulle.

Une remarque importante doit être faite. Comme déjà évoqué, travailler à plus basse température possible est nécessaire à l'apparition des courants permanents. Or, l'équation (1.51) ci-dessus implique une condition supplémentaire pour l'observer sur le signal de chaleur spécifique. En effet, il faut que la dérivée seconde de l'énergie libre par rapport à la température  $\partial^2 F / \partial T^2$  soit non nulle afin d'observer une quelconque signature sur  $C$ . Il sera donc nécessaire de travailler sur une plage en températures relativement importante autour de la température minimum du cryostat afin de s'affranchir de cette nouvelle condition.

Regardons maintenant les différentes théories sur les courants permanents mais d'un point de vue thermique en détaillant l'expression de  $C$  dans chaque cas.

### 1.4.1 La chaleur spécifique et le modèle de Ambegaokar et Eckern

Historiquement, les premiers calculs sur la chaleur spécifique dans le cadre des courants permanents ont été réalisés par Yang et Zhou en 1996 [63]. Ils sont basés sur les hypothèse d'Ambegaokar-Eckern auxquels ils ajoutent le couplage spin-orbite ce qui entraîne une

correction de l'amplitude théorique des courants permanents.

Leur résultat part du calcul de la fonction de partition  $Z$  du système. La connaissant, ils peuvent alors remonter à la chaleur spécifique sachant que :

$$C = k_B \beta^2 \frac{\partial^2 \ln Z}{\partial \beta^2} \quad (1.53)$$

Les figures suivantes (fig.1.17 [63]) montrent le comportement de  $C$  (normalisé par  $C_0 = k_B/2$ ) obtenu en fonction du champ magnétique et de la température.

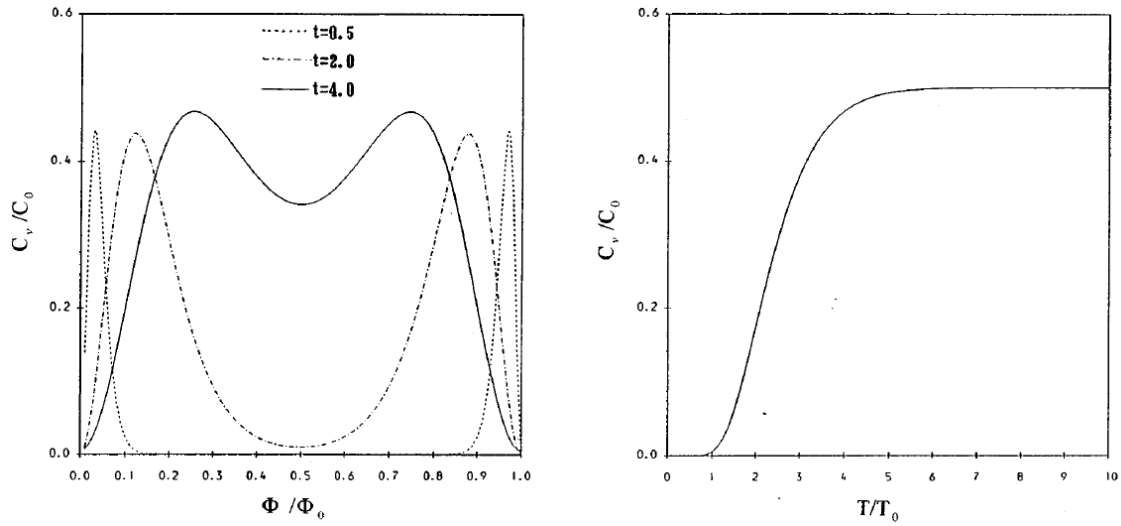


FIG. 1.17 – Variation de la chaleur spécifique en fonction du champ magnétique et de  $t = T/T_0$  (à gauche) et de la température (à droite).

Comme nous pouvons le voir, l'amplitude attendue est très faible. De plus, la chaleur spécifique verra la signature due aux courants permanents diminuée à mesure que la température augmente. Les auteurs suggèrent qu'une température  $T \leq 3T_0$  avec  $T_0 = \frac{\hbar^2}{mL^2k_B}$  est nécessaire à toute observation.

### Evaluation de la chaleur spécifique dans le cas du modèle de Cheung

Dans le but d'évaluer l'amplitude de variation de chaleur spécifique que l'on cherche à atteindre, des calculs préliminaires à cette thèse ont été réalisés par Serguei Skipetrov. Son estimation du courant permanent attendu est basé sur l'expression définie par Cheung *et al.* [9] :

$$I = \frac{4I_0 T}{T^*} \sum_{n=1}^{\infty} [2\sinh(nT/T^*)]^{-1} \cos(nk_f L) \sin(2n\pi\phi/\phi_0^N) \quad (1.54)$$

avec  $I_0 = ev_F/L$ ,  $T^* = \hbar v_F/(\pi L k_B)$ ,  $\phi_0^N = h/e$  et  $L$  le périmètre de l'anneau.

Utilisant l'équation 1.52, nous pouvons alors en déduire l'expression de la chaleur spécifique :

$$C(\phi) = C(0) + k_B \cdot f(\phi/\phi_0^N, T/T^*) \quad (1.55)$$

avec

$$\begin{aligned} f(\phi/\phi_0^N, T/T^*) = & 2 \frac{T}{T^*} \sum_{n=1}^{\infty} [\sinh(nT/T^*)]^{-3} \cos(nk_F L) \sin^2(n\pi\phi/\phi_0^N) \\ & \times \left\{ n \frac{T}{T^*} [3 + \cosh(2nT/T^*)] - 2\sinh(2nT/T^*) \right\} \end{aligned} \quad (1.56)$$

### 1.4.2 La chaleur spécifique et le modèle de Kravtsov et Altshuler

Abordons maintenant l'expression et les dépendances de  $C$  dans le cas du modèle de Kravtsov-Altshuler. Comme précédemment, le point de départ est l'expression du courant permanent en fonction de la température, la formule 1.52 permettant de remonter à la chaleur spécifique  $C$ . La seule différence est que l'expression utilisée ici est bien évidemment celle qui a été définie par Kravtsov et Altshuler (équation 1.46).

Le calcul réalisé par Serguei Skipetrov s'est vite révélé complexe. Il semblerait néanmoins que l'explication hors-équilibre avancée par Kravtsov et Alshuler n'entraîne aucune signature visible thermiquement. Ainsi, si leur modèle est valide, les courants permanents ne devraient pas être observable sur le signal de chaleur spécifique.

### 1.4.3 La chaleur spécifique et le modèle de Bary-Soroker *et al.*

Pour finir, abordons les conséquences des propositions de Bary-Soroker sur le signal de chaleur spécifique. Les calculs dans ce cas de figure ont été une fois de plus réalisés par Serguei Skipetrov. Le point de départ est bien entendu l'expression du courant permanent telle que Bary-Soroker *et al.* l'ont déterminée dans leur article [47] en prenant en compte les interactions électron-électron ainsi que la présence d'impuretés magnétiques. L'expression de la chaleur spécifique s'en déduit avec l'équation 1.52.

$$C(\phi) = C(0) - 8k_B t \sum_{m=1}^{\infty} \frac{\sin(2\pi m\phi)}{m^3} \sum_{n=-\infty}^{\infty} \int_0^{\infty} dx \, x \sin(2\pi x) H_{mn}(x, t, t_c^0, s) \quad (1.57)$$

avec  $t = k_B T / E_c$  et  $t_c^0 = k_B T_c^0 / E_c$  les températures et température critique ramenées en unités de  $E_c / k_B$ , et  $H_{mn}$  une fonction dépendant de  $t$ ,  $t_c^0$  et de  $s = \frac{1}{\pi}(\hbar / \tau_S) / (k_B T_c^0)$ . L'image 1.18 montre à partir de cette formule une évaluation de l'amplitude de  $C(\phi) - C(0)$  en fonction de la température pour différentes valeurs de  $s$ .

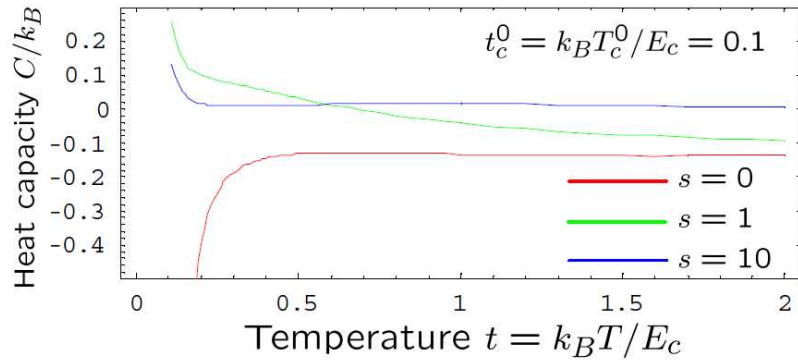


FIG. 1.18 – Variation de  $C(\phi) - C(0)$  en fonction de la température pour différentes valeurs de  $s$ .

## 1.5 Ordre de grandeur attendu pour Cp

Pour conclure cette partie consacrée à la détection des courants permanents par une mesure de capacité calorifique, il nous reste à aborder un point crucial : la faisabilité de l'expérience. Pour cela, nous devons confronter l'étude théorique à la réalité de l'expérience soit, plus clairement, nous poser la question de savoir si les signaux attendus sont mesurables expérimentalement.

Pour avoir une idée de l'amplitude attendue, reprenons l'expression de  $C$  calculée par Sergey Skipetrov (eq.1.55). Les valeurs impliquées dans cette expression sont calculables en utilisant les valeurs admises de  $k_F$  et  $v_F$  pour un anneau métallique, soit :

$$k_F \simeq 1.2 \times 10^{10} m^{-1}, \quad v_F \simeq 1.5 \times 10^6 m/s \quad (1.58)$$

On peut donc en déduire un ordre de grandeur pour les variations de chaleur spécifique attendues. Après calcul, on obtient :

$$\delta C(\phi) = C(\phi) - C(0) \sim k_B = 10^{-23} \text{ J/K} \quad (1.59)$$

Nous pouvons en déduire un encadrement approximatif de la chaleur spécifique attendue.

$$k_B < C < 100k_B \quad (1.60)$$

Ceci correspond au signal attendu pour un anneau unique. En considérant que nous déposons sur notre système de mesure une dizaine de millions d'anneaux et sachant que  $C$  est toujours du même signe quelle que soit l'anneau, nous arrivons finalement à une variation de chaleur spécifique totale comprise entre  $10^{-16} \text{ J/K}$  et  $10^{-14} \text{ J/K}$ .

Sur certaines mesures réalisées, notre capteur présente à 50mK une chaleur spécifique de  $\sim 10 \text{ pJ/K}$ . Le signal que l'on cherche à acquérir est donc compris dans une échelle de l'ordre de :

$$10^{-5} < \frac{\Delta C}{C} < 10^{-3} \quad (1.61)$$

Cette fourchette illustre parfaitement l'ampleur du défi. Le signal attendu est évidemment très faible mais néanmoins semble accessible. En effet, la résolution  $\Delta C/C$  des expériences précédentes utilisant ce capteur était de quelques  $10^{-5}$  [64]. De plus, un travail de traitement réalisé sur les signaux permettra d'améliorer encore la résolution.



## Chapitre 2

### La calorimétrie ac

Les différentes considérations théoriques qui ont été effectuées dans le premier chapitre nous ont permis de débroussailler le terrain et d'aborder la question des courants permanents par le biais thermique en étant pleinement conscient des différents enjeux. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons principalement à la question de la mesure de chaleur spécifique, aux méthodes pour la déterminer ainsi qu'aux aspects expérimentaux.

#### 2.1 La chaleur spécifique $C_P$

La chaleur spécifique est la grandeur physique qui caractérise la capacité d'un corps à s'élever en température  $\delta T$  suite à un apport de chaleur  $\delta Q$  (fig.2.1). Son unité est donc le joule par kilogramme et par kelvin.



FIG. 2.1 – Schéma du principe de la capacité calorifique.

Elle peut s'écrire sous la forme :

$$C = \lim_{\delta T \rightarrow 0} \frac{\delta Q}{\delta T} \quad (2.1)$$

C'est une grandeur intensive dont l'expression a été proposée pour la première fois en



1780 par Lavoisier et de Laplace [65]. Cette définition étant intimement liée aux conditions expérimentales, des distinctions ont émergées par la suite s'adaptant aux différentes transformations thermodynamiques considérées (volume constant, pression constante,...)

La mesure de chaleur spécifique a apporté au cours du temps de nombreuses informations. En effet, elle permet d'atteindre l'ensemble des modes d'excitation d'un système et autorise donc à remonter à de nombreuses propriétés dudit système qu'elles soient structurales, électroniques, magnétiques... Ceci se révèle clairement quand on considère les différents termes de la chaleur spécifique d'un matériau à pression constante, basse température et à l'équilibre thermodynamique :

$$C_p = T \left( \frac{\partial S}{\partial T} \right)_p = \gamma T + \beta T^3 + \delta T^{3/2} \quad (2.2)$$

avec  $S$  l'entropie. Dans cette équation  $\gamma$  est proportionnel à la densité d'états au niveau du niveau de Fermi,  $\beta$  à la température de Debye et  $\delta$  au couplage ferromagnétique. Un signal de chaleur spécifique comprend donc de nombreuses informations.

Les mesures thermiques sont donc vecteur de renseignements non négligeable. Elles ont été au fil des années utilisées dans de nombreux domaines. On peut citer de manière non exhaustive certaines contributions : le modèle de Debye (1912) qui décrit, en se basant sur les phonons, l'évolution en température de la chaleur spécifique [66] ; mais aussi l'intérêt incontestable des sauts en chaleur spécifique pour détecter les transitions de phase du premier et second ordre [67, 68]. On peut pour finir plus globalement parler des différents aspects thermiques autres que la chaleur spécifique qui ont été étudiés comme les études théoriques [69] et expérimentales [70, 71, 72] sur l'impressionnante conductivité thermique des nanotubes de carbone ; la quantification de la conductance thermique [73, 74] ; ou bien, pour finir, les mesures de conductances thermique de nanofils de Silicium menées à l'Institut Néel par l'équipe "Thermodynamique des petits systèmes" [75, 76].

L'art plus spécifique de mesurer la capacité calorifique d'un système est connu sous le nom de calorimétrie. C'est un domaine qui par ses extensions successives est déjà vaste autant du point de vue des sujets abordés que des diverses techniques utilisées [77, 78]. La profusion d'informations accessibles lors d'une mesure de chaleur spécifique devient vite une arme à double tranchant. Il s'agit une fois celle-ci évaluée, d'arriver à l'interpréter correctement. La première contrainte est liée à la mesure involontaire des "à-côtés" du système étudié, les addenda. Une mesure de chaleur spécifique comprendra en effet à la fois la contribution du système mais aussi celle du support et de l'ensemble du dispositif de mesure afférent. Nous verrons plus tard comment la mesure calorimétrique s'effectue de manière à réduire au maximum la part due aux addenda.

La seconde contrainte, et non la moindre, est de parvenir à démêler dans le signal thermique du système les signatures propres au réseau, aux électrons ou encore aux effets magnétiques. Dans notre cas, on cherche à atteindre des excitations de très faibles énergies dues aux courants permanents. On aura l'avantage de travailler à très basses températures ce qui aura pour conséquence appréciable de diminuer drastiquement la contribution en

$T^3$  liée au réseau cristallin.

Il apparaît nettement que la mesure des courants permanents déjà ardue par nature ne se verra donc pas simplifiée sous l'angle thermique. Il s'agit là d'un réel défi expérimental. Un calorimètre d'une très grande sensibilité est nécessaire à l'exploration de ce phénomène mésoscopique.

## 2.2 Mesure de chaleur spécifique sur des objets mésoscopiques

### 2.2.1 Cadre théorique

La mesure de chaleur spécifique sur des objets de taille mésoscopique pose un certains nombres de question sur l'existence d'un tel concept de capacité calorifique à de si petites échelles. C'est un sujet qui a été exploré par plusieurs auteurs dans la littérature. Les différents travaux réalisés par Hartmann en 2004 [79, 80, 81, 82] ont pour but de déterminer la taille minimale d'un système pour laquelle la notion de température a un sens. Le résultat de cette étude donne une taille dépendant de la température elle-même. On peut néanmoins estimer que pour une taille de système inférieure au libre parcours moyen inélastique, la mesure de température doit être traitée avec la plus grande circonspection. Nous ne sommes pas dans ce cas dans ce manuscrit.

### 2.2.2 Nanocalorimétrie

L'art de mesurer la chaleur spécifique appartient à la calorimétrie. Au fil de l'histoire, la capacité calorifique a été principalement mesurée sur des objets macroscopiques facilement isolable thermiquement. La mesure des propriétés thermiques d'objets de taille mésoscopique n'est, quant à elle, que peu développée. Certaines équipes s'intéressent néanmoins à ce domaine de compétence, parmi elles on trouve le California Institute of Technology [83], le Functional Properties Group du NIST (National Institute of Standards and Technology) [84] ainsi que le Department of Materials Science and Engineering de l'Université de l'Illinois [85, 86]. L'équipe Thermodynamique de l'Institut Néel (associée au pôle Capteurs thermométriques et calorimétrie) est l'un des acteurs incontournables du secteur. De par son expertise des questions thermiques et par le développement d'outils instrumentaux spécifiques de très haute sensibilité, elle a su aborder de nombreux sujets allant de la physique fondamentale à la biologie [87].

La plupart des mesures actuelles ont cherché à réduire au strict minimum la contribution au signal des addenda. Cela passe généralement par le choix d'une membrane suspendue de quelques micromètres d'épaisseur sur laquelle le système à étudier est dé-

---

posé. La membrane est reliée au reste de l'échantillon par des bras de suspension (Ceci implique que la conductance thermique de ces bras interviendra lors de l'évaluation de la capacité calorifique). Le tableau ci-après résume l'ensemble des différents calorimètres développés et utilisés en nanocalorimétrie [67] :

Source	Méthode	Gamme de température	Nature et contribution des addenda à $C$	Résolution $\Delta C/C$	Masse mesurable
Fominaya <i>et al.</i> [88, 89] (1997)	ac	1.5-20 K	2-10 $\mu\text{m}$ de Si; 0.5 nJ/K à 1.5 K	$10^{-4}$	couches minces $\approx 1\mu\text{g}$
Zink <i>et al.</i> [90] (2001)	relaxation	2-300 K	180 nm de SiN; 1 nJ/K à 2 K	-	couches minces $\approx 1\mu\text{g}$ ; H=0-8 T
Bourgeois <i>et al.</i> [64] (2005)	ac	0.5-15 K	2-10 $\mu\text{m}$ de Si; 50 pJ/K à 0.5 K	$5.10^{-5}$ à 0.5 K	échantillons de qq 10 ng
Fon <i>et al.</i> [83] (2005)	relaxation	0.5-8 K	120 nm de SiN; 0.4 fJ/K à 0.6 K	$10^{-4}$ à 2 K	échantillon de qq pg
Lopeandia <i>et al.</i> [91] (2010)	ac	20-300 K	500 nm de parylene C; qq $\mu\text{J/K}$	entre $10^{-3}$ et $10^{-4}$	couches minces de moins de 100 ng

TAB. 2.1 – Performances des calorimètres les plus récents adaptés aux petits systèmes.

Comme nous pouvons le voir sur le tableau 2.1, il existe principalement deux méthodes différentes qui permettent de remonter à la chaleur spécifique d'un système [67] : la méthode par relaxation et la calorimétrie ac. Le principe commun aux deux d'introduire au moyen d'un chauffage une quantité contrôlée de chaleur au système et de mesurer avec une grande sensibilité l'élévation de température qui en découle à l'aide d'un thermomètre. La fuite thermique entre le système et son environnement thermique par les bras de suspension est notée  $K$  (fig.2.2).

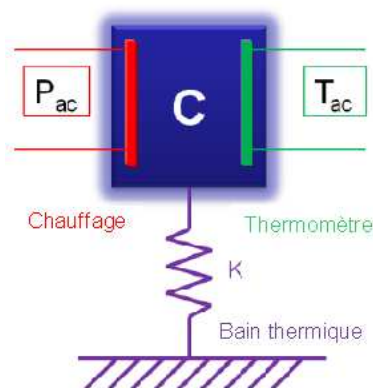


FIG. 2.2 –  $K$  représente la fuite thermique de la membrane vers le bain thermique.

### Méthode par relaxation

Cette méthode dynamique se déroule en deux étapes. On applique en premier lieu une puissance  $P_0$  continue au système. La température de la membrane va alors s'élever d'une valeur  $\Delta T$  par rapport à sa température de base  $T_b$ .

Cette première partie permet de déterminer la fuite thermique  $K$  vers le bain thermique (fig.2.2). Elle est donnée par l'expression :

$$K(T_b) = \frac{P_0}{\Delta T} \quad (2.3)$$

Une fois  $K$  évaluée, il convient alors de laisser relaxer la température du système pour qu'elle revienne à sa valeur initiale. Lors de cette étape la température est enregistrée ce qui permet de mesurer le temps de relaxation  $\tau_1$ . Ce dernier étant de l'ordre de quelques millisecondes, la mesure nécessite une sensibilité très élevée.  $\tau_1$  connu, on peut alors en déduire la chaleur spécifique, les deux valeurs étant reliées :  $\tau_1 = C/K$ . Cette méthode présente une grande précision accessible sur une large gamme de température [92] et de champ magnétique [90]. Son principal défaut sera une résolution  $\Delta C/C$  faible. En effet,  $\tau_1$  est un temps extrêmement court, il sera en conséquence extrêmement difficile à mesurer avec une grande précision. De plus cette technique est particulièrement sensible aux instabilités en température (dérive thermique) car ce n'est pas une technique expérimentale basée sur une oscillation de température, contrairement à la calorimétrie ac.

### Méthode par calorimétrie ac

La méthode de calorimétrie ac a été développée par Sullivan et Seidel en 1968 [93]. Elle repose comme son nom l'indique sur l'application au système d'une puissance alternative  $P_0$ . Celle-ci est obtenue en faisant circuler dans l'élément chauffage un courant ac  $i$  de fréquence  $\omega$  :  $i = I_0 \cos(\omega t)$ . Par voie de conséquence, la puissance  $P_0 = Ri^2$  reçue par la membrane contiendra deux termes, un continu et l'autre alternatif et oscillera à une fréquence  $2\omega$  (eq.2.4).

$$P_0 = \frac{RI_0^2}{2} [1 + \cos(2\omega t)] \quad (2.4)$$

Il s'ensuit que la température en fonction du temps sur la membrane présentera elle aussi un gradient continu de température  $T_{DC}$  et une partie alternative  $\delta T_{AC}$ . On aura au final  $T(t) = T_{DC} + \delta T_{AC}$ , avec :

$$\delta T_{AC} = \frac{RI_0^2}{2\omega C} \left[ 1 + \frac{1}{(\omega\tau_1)^2} + (\omega\tau_{int})^2 \right]^{-1/2} \cos(2\omega t) \quad \text{et} \quad T_{DC} = T_{Bain} + \frac{RI_0^2}{2K} \quad (2.5)$$

où  $\tau_1$  est le temps de relaxation de la membrane vers le bain et  $\tau_{int}$  le temps de diffusion interne de la membrane.

La situation de la température sur la membrane est schématisée fig.2.3.

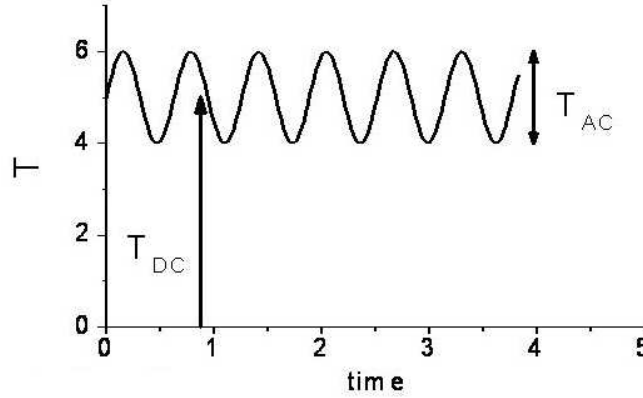


FIG. 2.3 – Profil de température de la membrane.

Le thermomètre du système va permettre d'enregistrer l'amplitude RMS de la composante  $\delta T_{ac}$  de la température. Cette mesure de la variation de température sur la membrane va nous permettre, moyennant un choix judicieux de la fréquence de travail, d'en déduire la capacité calorifique  $C$  du système. En effet, concernant la fréquence, pour que la mesure en calorimétrie-ac soit valable il faut que la puissance appliquée à la membrane présente une fréquence suffisamment lente pour assurer l'isothermicité de la membrane mais aussi suffisamment élevée pour empêcher une relaxation vers le bain (hypothèse de quasiadiabaticité), soit :

$$1/\tau_1 \ll \omega \ll 1/\tau_{int} \quad (2.6)$$

Cette condition vérifiée et en supposant que la fuite thermique  $K$  vers le bain soit bien inférieure à la conductance thermique interne de la membrane  $K \ll K_{int}$  (ce qui est le cas de par la géométrie des capteur que l'on utilise et qui présentent une membrane d'une dimension largement supérieure à celle des bras de suspension vers le bain), la capacité calorifique  $C$  voit alors son expression simplifiée et peut s'écrire sous la forme :

$$C = \frac{P_0}{\delta T_{AC} \omega} \quad (2.7)$$

Cette méthode peut présenter de très hautes résolutions jusqu'à  $\frac{\Delta C}{C} \simeq 2.10^{-5}$  [64]. La chaleur spécifique étant inversement proportionnelle au  $\delta T_{AC}$  mesuré, on peut déceler des chaleurs spécifiques extrêmement ténues et donc enregistrer toute modification du signal qui pourra survenir à cause d'un paramètre extérieur tel que l'application d'un champ magnétique. De plus, contrairement à la méthode par relaxation, elle autorise de moyenner sur des temps longs augmentant ainsi la sensibilité. Le principal problème de cette mesure est que sa validité nécessite le choix d'une fréquence  $\omega$  précise. Nous y reviendrons plus loin dans ce manuscrit.

### 2.2.3 Capteur

Le calorimètre utilisé durant cette thèse a été développé par Fominaya *et al.* [88, 89] et repose sur la méthode de mesure par calorimétrie ac. C'est le calorimètre qui présente la meilleure résolution au monde dans cette gamme de température [64]. Il est constitué d'une membrane en silicium de  $3.3 \text{ mm} \times 3.3 \text{ mm}$  en dimension et  $5$  à  $10 \text{ }\mu\text{m}$  d'épaisseur qui est suspendue par douze bras de  $40 \text{ }\mu\text{m}$  de largeur. Les figures 2.4 et 2.5 donnent un schéma [67] et une image MEB du capteur :

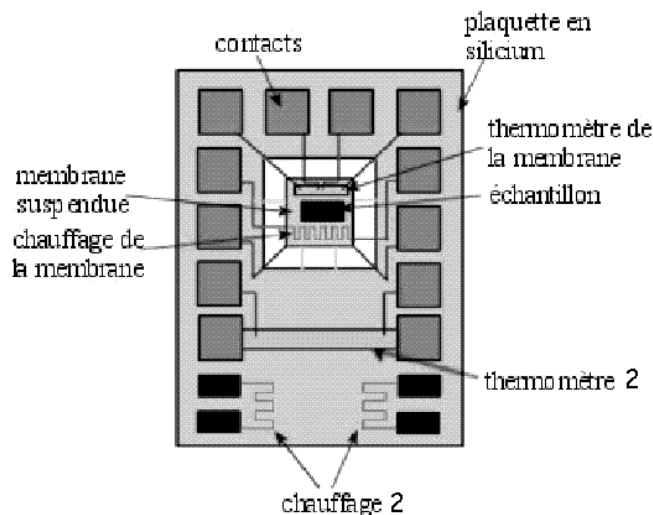


FIG. 2.4 – Schéma du capteur thermique.

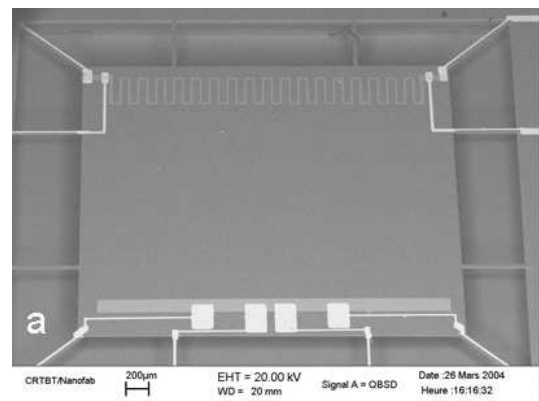


FIG. 2.5 – Image MEB de la membrane du capteur.

Ce capteur ou porte-échantillon est obtenu en partant d'un wafer en silicium monocristallin protégé sur ses deux faces par du nitrure de silicium. Le choix du silicium comme substrat permet d'isoler électriquement le chauffage du thermomètre. Son principal atout est de posséder une très faible chaleur spécifique à basse température. Il présente également une bonne conductivité thermique ce qui assure l'isothermicité de la membrane, condition indispensable à la mesure. Enfin, ses propriétés structurales et mécaniques permettent d'y graver une membrane suspendue.

La membrane s'obtient en ouvrant en face arrière par photolithographie et gravure RIE une fenêtre dans le nitrure. Le silicium peut alors être attaqué chimiquement au niveau de cette fenêtre par une solution de KOH. Ceci permet de diminuer son épaisseur pour atteindre quelques microns (entre  $5\mu\text{m}$  et  $10\mu\text{m}$ ). Plus la membrane sera fine, plus la contribution des addenda au signal de chaleur spécifique sera faible.

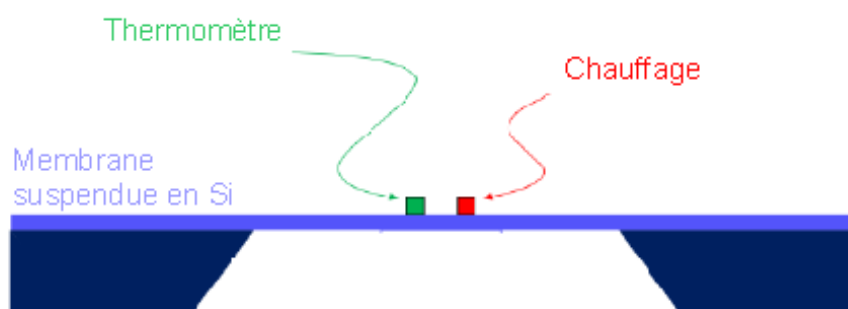


FIG. 2.6 – Schéma de la membrane amincie en face arrière.

Une fois la membrane obtenue, on peut alors enlever le nitrure en face avant et déposer sur le silicium les différents éléments du calorimètre (cf fig.2.6). L'ensemble de ces éléments sont réalisés suivant le même processus de lithographie suivie d'un dépôt et d'un lift-off. Les contacts et les amenées de courant sont réalisés en premier. Ils sont constitués d'une épaisseur de 100nm de NbTi et de 30nm d'or. Le NbTi étant supraconducteur et présentant une mauvaise conductivité thermique, il permet de supprimer à basse température tout effet Joule sur les amenées de courant et de limiter les fuites thermiques. L'or permettra quant à lui un bon contact électrique avec le thermomètre.

Le chauffage est le deuxième élément déposé. C'est dans cet élément que le courant alternatif circulera créant les variations de température sur la membrane. Il est constitué d'un serpentín en cuivre de 14mm de longueur,  $25\mu\text{m}$  de largeur et 100nm d'épaisseur. Le cuivre répond parfaitement au cahier des charges de l'expérience puisqu'il est insensible au champ magnétique appliqué, ne varie pas sur les gammes de températures que nous utilisons, présente une chaleur spécifique faible et a un bon contact thermique avec la membrane en silicium.

La troisième étape est le dépôt du thermomètre. Ce dernier est la clef de voute de la mesure de chaleur spécifique en calorimétrie ac puisque c'est lui qui va détecter les variations  $\delta T_{ac}$  de température sur la membrane. Ces dernières étant de l'ordre de quelques mK, il se doit donc d'afficher une sensibilité importante.

Dans notre cas, il est constitué d'un rectangle en nitrure de niobium (NbN) recuit à  $150^\circ\text{C}$  pendant 15h, de  $\sim 3\text{mm}$  de longueur et 40nm d'épaisseur. Ce dernier est déposé en couche mince par pulvérisation cathodique d'une cible de niobium dans une atmosphère d'azote et d'argon et ce dans un bâti spécialement dédié à cet usage. Il est métallique

à haute température et isolant à basse température. De plus, il répond à de nombreux critères indispensables à la mesure : sa résistance en fonction de la température reste stable malgré de nombreux cycles thermiques et il présente un bon couplage thermique avec la membrane.

Ce dernier point est primordial en particulier à très basses températures où nous nous attendons à la présence d'une résistance de Kapitza plus importante entre le thermomètre et la membrane en silicium. Ceci aura pour effet de diminuer la diffusion vers le bain.

En se référant à la littérature [94], il nous est possible d'évaluer la résistance d'interface  $R_{Bd}$  dans notre cas sachant que  $R_{Bd}T^3=12\text{K}^4/\text{Wcm}^2$ . On trouve donc, connaissant la surface de notre thermomètre, que  $R_{Bd}=36\text{K}/\text{W}$  à 100mK. Ceci va se traduire, de par les puissances moyennes injectée à 100mK, par une différence de température entre le thermomètre et la membrane de l'ordre de  $\Delta T = \frac{P_{th}}{K_{Kapitza}} = 8.10^{-10}\text{K}$  ce que nous pouvons négliger. A titre de comparaison, la différence de température à 1K ne serait que de  $8.10^{-13}\text{K}$ .

La sensibilité du thermomètre est caractérisée par le coefficient  $\alpha$  :

$$\alpha = \frac{1}{R_{th}} \frac{dR_{th}}{dT} \quad (2.8)$$

où  $R_{th}$  est la résistance du thermomètre.

Plus  $\alpha$  est élevé et plus la sensibilité est élevée. Ce paramètre est intimement lié au rapport résistif (RR) du thermomètre. Ce dernier se définit comme suit :

$$RR = \frac{R_{th}(77\text{K})}{R_{th}(300\text{K})} \quad (2.9)$$

Il peut être ajusté au moment du dépôt de NbN en jouant [95] sur la concentration d'azote, d'argon, le temps de dépôt, la distance cible-substrat, etc... Plus le RR est élevé et plus  $\alpha$  l'est aussi, mais cela entraîne également une résistance plus importante. Or le thermomètre est parcouru par un courant de bruit dû au préamplificateur en sortie. Le bruit total sur le signal détecté par la détection synchrone en sortie (cf fig.2.12) sera donc sensible à la résistance du thermomètre. Plus la résistance du thermomètre sera élevée et plus la tension de bruit sera élevée. A cela s'ajoute le bruit Johnson-Nyquist (ou bruit blanc) dû à la résistance elle-même et indépendant de tout courant appliqué. Le RR doit donc être choisi comme un compromis entre ces différents points. Dans le cas d'une expérience en dilution descendant jusqu'à 20mK, le R.R. choisi est de l'ordre de 2,7 donnant un alpha de  $\simeq 1$  et une résistance d'une dizaine de k $\Omega$  à 20mK (fig.2.7).



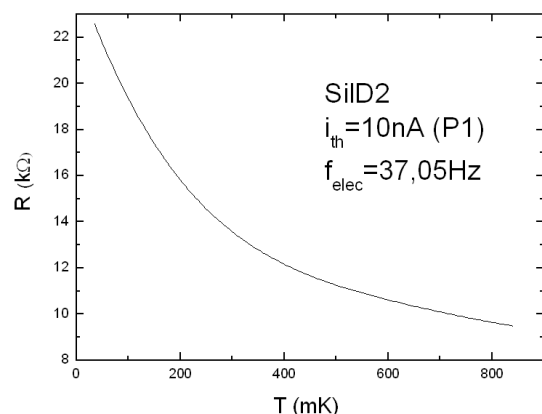


FIG. 2.7 – Variation de la résistance du thermomètre en fonction de la température.

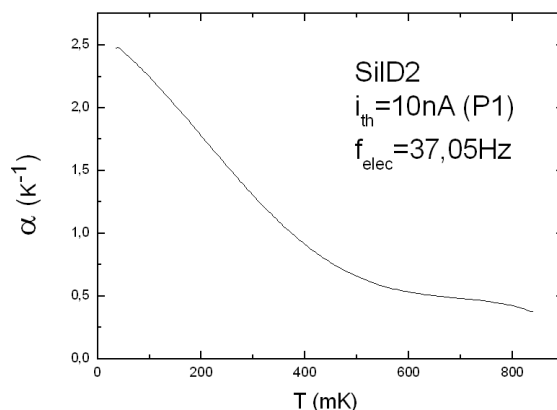


FIG. 2.8 – Sensibilité  $\alpha$  calculé en fonction de la température.

La dernier élément déposé est le système à étudier soit dans notre cas des anneaux métalliques de taille mésoscopique (fig.2.9 et 2.10). Ils sont dessinés par lithographie électronique sur la membrane entre le chauffage et le thermomètre. Le nombre d'anneaux étant très important, l'insolation de la résine nécessite un week-end complet. La taille des champs d'insolation est de  $50\mu\text{m}$ .

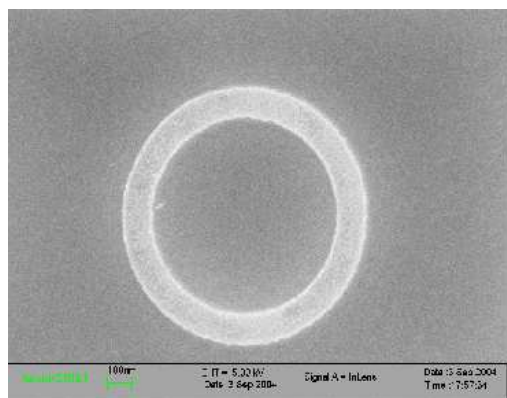


FIG. 2.9 – Image MEB d'un anneau de 600nm de diamètre.

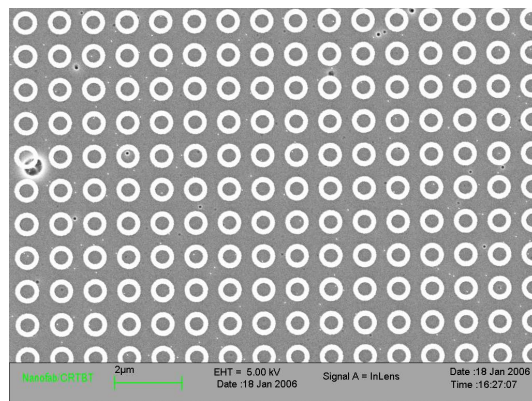


FIG. 2.10 – Image MEB d'un champ d'anneau lithographié sur la membrane.

L'argent constitutif des anneaux est déposé au CEA de Saclay en collaboration avec Hugues Pothier dans un bâti approprié qui n'est jamais utilisé pour le dépôt de matériaux magnétiques. La pureté de la source d'argent est de 6N soit 1ppm d'impuretés maximum. Ces caractéristiques assurent l'obtention d'un matériau très pur.

La dernière étape est la structuration de la membrane qui consiste à suspendre la membrane, cette dernière n'étant plus soutenue que par 12 bras de  $40\mu\text{m}$  de largeur. Ceci

est toujours obtenu par lithographie optique. Le masque utilisé va être positionné de manière à protéger les différents éléments du capteur (dont les amenées de courants passant par les bras de suspension) et libérer les zones entre les bras que l'on souhaite supprimer. L'attaque se fait ensuite avec un plasma  $\text{SF}_6$  de faible puissance. La structuration de la membrane nous permet d'assurer les conditions d'adiabaticité et d'isothermie nécessaire à la calorimétrie ac comme nous l'avons vu précédemment. La largeur des bras permet de contrôler les fuites thermiques de la membrane vers le bain comme nous le verrons plus loin.

## 2.3 Mesure de calorimétrie ac à très basse température

### 2.3.1 La chaîne de mesure

Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre, l'amplitude des courants permanents va s'accroître à mesure que l'on descend en température. Nous avons donc tout intérêt à travailler à la température la plus faible possible. Dans cette optique, l'ensemble des mesures ont été effectuées dans un cryostat à dilution permettant d'atteindre des températures de l'ordre de 20mK. Un schéma du cryostat est donné ci-après.

Le capteur dont nous avons décrit la fabrication sera relié à un porte-échantillon par des micro-soudures en fil d'aluminium. C'est ce porte-échantillon (fig.2.11) qui assure la liaison entre le capteur et le cryostat à dilution et plus globalement l'appareillage électronique :

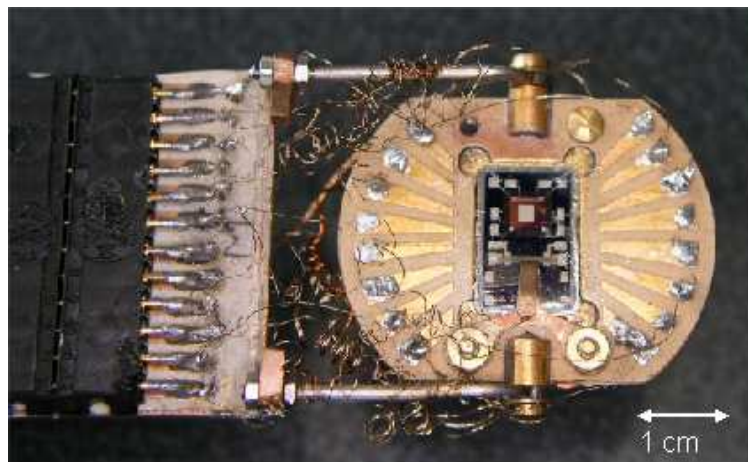


FIG. 2.11 – Photographie du porte échantillon.

Il est placé au cœur du cryostat et d'une chaîne de mesure adaptée dont le schéma est donné ci-dessous [67] :

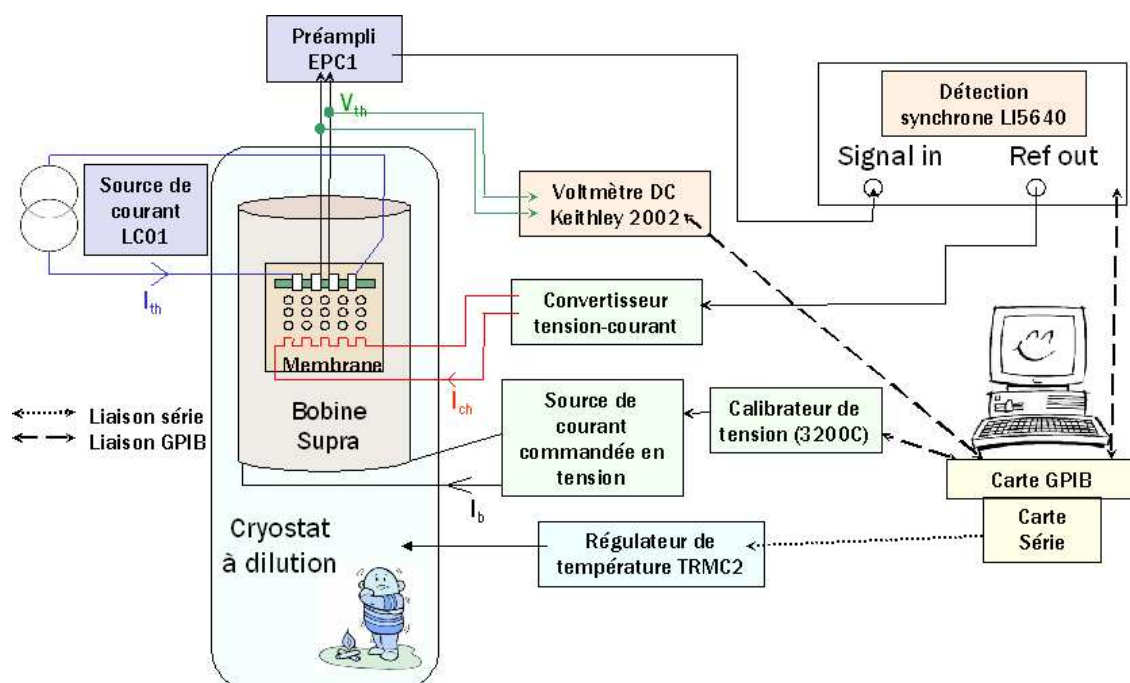


FIG. 2.12 – Schéma de principe de la chaîne de mesure utilisée pour les mesures de chaleurs spécifiques en calorimétrie ac.

La plupart des appareils de cette chaîne de mesure ont été développés spécifiquement par le service électronique de l'Institut Néel. Les sources de courants alimentant le chauffage et le thermomètre jouent un rôle très important. Elles ont donc été conçues pour présenter le bruit le plus faible possible et délivrer un courant extrêmement stable. Un convertisseur tension-courant fournit le courant  $I_{ch}$  traversant le chauffage en cuivre. Il est piloté par un signal alternatif de fréquence  $f_{elec}$  et d'amplitude 5V délivré par une détection synchrone LI5640 (NF Corporation). Cette dernière permettra de détecter en sortie la composante en  $2f_{elec}$  dans le signal  $V_{th}$  mesuré sur le thermomètre,  $V_{th}$  étant au préalable filtré et amplifié d'un facteur  $10^2$  par un préamplificateur. Le thermomètre est parcouru par un courant  $I_{th}$  fourni par une source de courant LC01.

Un voltmètre DC Keithley 2002 peut être ajouté en parallèle sur le thermomètre afin de déterminer la composant continue de  $V_{th}$  donnant accès à la température continue sur la membrane.

Le champ magnétique sera appliqué perpendiculairement aux anneaux de l'échantillon. Il est généré par une bobine supraconductrice fournissant un champ magnétique de 180mT/A et alimentée par une source de courant de calibre réglable.

Un grande partie de la chaîne de mesure est pilotable par ordinateur par le biais d'une interface GPIB. Le logiciel utilisé pour communiquer avec les appareils est Probid. Il a

été développé à l'Institut Néel et est basé sur un environnement LabView. Il nous permet de modifier automatiquement certains paramètres comme ceux de la détection synchrone et de la bobine et d'enregistrer les mesures. La température de régulation du cryostat est également réglable informatiquement par le biais d'une liaison série entre le TRMC2 (qui est un régulateur de température mis au point à l'Institut Néel) et l'ordinateur. On peut ainsi, en utilisant LabView programmer différentes acquisitions tel qu'une rampe en champ ou en température. La grande majorité des données obtenues l'ont été par ce moyen là et ont été traitées avec le logiciel Origin.

### Acquisition de l'amplitude et de la phase de la chaleur spécifique

Lorsqu'au cours de notre expérience, nous faisons varier le champ magnétique et que nous mesurons le signal de chaleur spécifique, ce dernier possède en fait deux composantes. Ces deux composantes sont l'amplitude et la phase du signal.

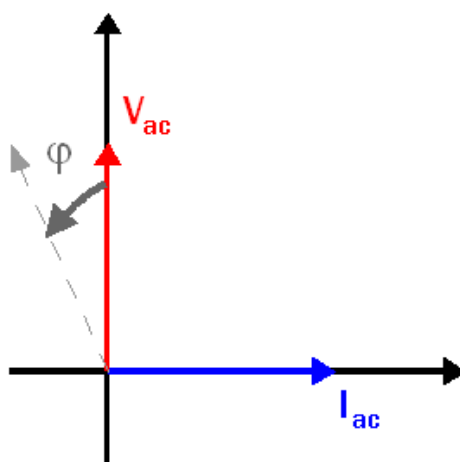


FIG. 2.13 – Décalage en phase de la chaîne de mesure.

En effet, lors de notre mesure, des couplages capacitifs induisent un décalage en phase de notre signal (cf fig.2.13). Ce décalage qu'on ne peut évaluer expérimentalement est constant et caractéristique de notre chaîne de mesure. Il est appelé "zéro de phase". La détection synchrone qui détecte notre signal en sortie enregistrera également en parallèle les fluctuations de la phase vis à vis de ce "zéro de phase". Ces fluctuations (dépendantes de  $C$ ) peuvent être porteuse d'un signal physique. D'un point de vue théorique, on s'attend à ce que toute signature sur la chaleur spécifique soit observable à la fois sur l'amplitude et sur la phase, les deux valeurs étant reliées par l'expression suivante :

$$\tan\varphi = \frac{\omega C}{K} \quad (2.10)$$

avec  $\varphi$  la phase. Le signal sur la phase et celui sur le module ne présentant pas toujours le même rapport signal sur bruit, il est intéressant d'enregistrer ces deux composantes simultanément lors de nos mesures. Une telle acquisition est tout à fait possible à l'aide de la détection synchrone.

### 2.3.2 Caractérisation du capteur

Une fois l'échantillon installé et refroidi jusqu'à la température limite du cryostat, il convient alors de procéder à la caractérisation du capteur que l'on utilise. En effet chaque membrane réalisée a des propriétés qui lui sont propres et qu'il est nécessaire de déterminer avant de procéder à la moindre mesure. Dans la suite, nous allons illustrer ces différentes étapes en nous appuyant sur l'échantillon SilD10 sur la surface duquel des champs de  $50\mu m$  d'anneaux de 600nm de diamètre ont été déposés.

#### Caractérisation du thermomètre

En premier lieu, il faut caractériser le thermomètre déposé en déterminant la résistance  $R(T)$  du chauffage en fonction de la température. Cette mesure est réalisée en 4 fils afin de réduire le bruit au maximum et de ne pas prendre en compte la résistance des remontées de fils. La température sur la membrane est régulée par le TRMC2 à l'aide du chauffage et du thermomètre propres à la dilution. Il va de soi qu'aucun courant n'est appliqué au chauffage de la membrane afin que celle-ci soit à la même température que le bain. Pour les mêmes raisons, le courant  $I_{th}$  qui parcourt le thermomètre de la membrane sera choisi faible, de l'ordre de quelques nA. Ce dernier est choisi dans une plage de courant telle que la caractéristique  $V_{th} = f(I_{th})$  reste linéaire (cf fig.2.14).

Le courant choisi pour le thermomètre est généralement à la limite de la dépendance linéaire de manière à avoir la meilleure sensibilité possible. Une fois  $R(T)$  obtenu, on peut en tirer le coefficient de sensibilité :  $\alpha = \left| \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \right|$  évoqué précédemment.  $\alpha$  connu, on peut alors en mesurant  $\delta V_{ac}$  obtenir la composante  $\delta T_{ac}$  :

$$\delta T_{ac} = \frac{\delta V_{ac}}{i_{th} \alpha(T) R(T)} \quad (2.11)$$

$\delta V_{ac}$  étant la valeur RMS de la composante  $2\omega$  de la tension relevée aux bornes du thermomètre. Notons que la résistance  $R_{ch}$  du chauffage est également déterminée en 4 fils et donne une valeur stable à la fois en fréquence et en température.

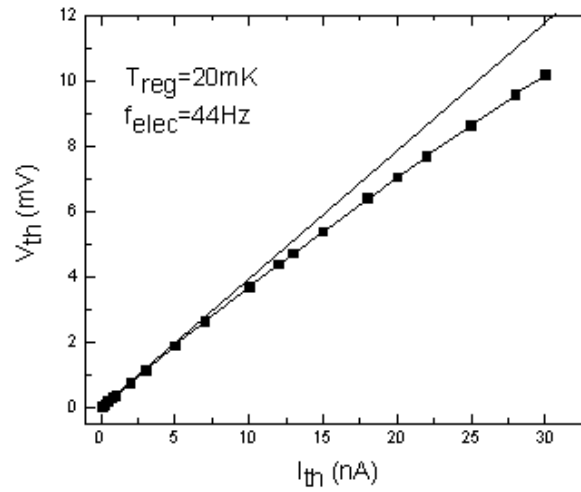


FIG. 2.14 – Tracé de la tension  $V_{th}$  aux bornes du thermomètre en fonction du courant  $I_{th}$  qui le traverse.

### Détermination de la fréquence de travail

La deuxième étape de caractérisation consiste à déterminer la fréquence de travail  $\omega$  que nous avons déjà évoquée de manière à vérifier l'équation (2.6). Cette condition est vérifiée lorsque  $\omega\delta T_{ac}$  est stationnaire en fonction de la fréquence  $\omega$ . La fréquence de travail vérifiant cette condition est déterminée expérimentalement en mesurant  $\delta V_{ac}$  et donc  $\delta T_{ac}$  en fonction de la fréquence  $\omega$ . On obtient alors  $\omega\delta T_{ac} = f(\omega)$  :

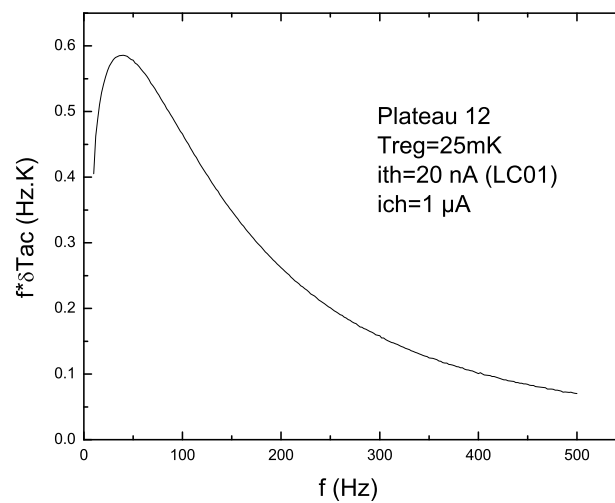


FIG. 2.15 – Tracé de  $\omega\delta T_{ac}$  en fonction de la fréquence  $\omega$  de l'alimentation du chauffage.

La partie "stationnaire" de la courbe est appelée plateau adiabatique. La fréquence de travail appropriée est choisie dans cette zone. Comme nous pouvons le constater, la zone "stationnaire" est relativement réduite et ne correspond pas exactement à un plateau. Ceci est à priori lié à la diffusion sur la membrane qui ne présente pas le comportement idéal supposé théoriquement.

### Caractérisation du bruit du capteur

La dernière, mais non des moindres, étape de la caractérisation d'un capteur est la détermination de sa sensibilité. Pour cela, on effectue une mesure du bruit en enregistrant toutes les secondes pendant une période de 1000s le signal issu du thermomètre à champ magnétique nul et à paramètres fixés correspondant aux paramètres de mesure. Cet enregistrement nous permet d'obtenir la répartition du signal autour de sa valeur moyenne, répartition qui est gaussienne. La figure 2.16 donne le résultat obtenu sur le capteur SilD10 et en insert les caractéristiques de la régression gaussienne dont l'écart type  $W$ .

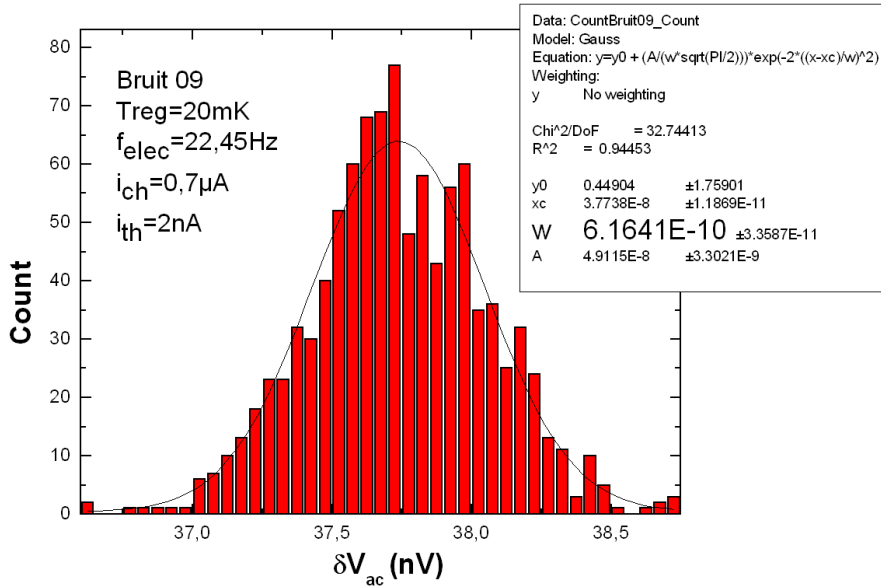


FIG. 2.16 – Histogramme de répartition du bruit du signal par rapport à sa valeur moyenne.

Le bruit de mesure correspond à la moitié de l'écart-type ce qui nous donne un bruit de  $B_{mesure} = 0.3nV/\sqrt{Hz}$ . Cette valeur n'a pas de sens dans l'absolu, elle doit être comparée au bruit Johnson du thermomètre qui vaut  $\sqrt{4R_{th}k_B T \Delta f} = 0.15nV/\sqrt{Hz}$  ( $R_{th}$  est la résistance du thermomètre et  $\Delta f$  la bande passante soit 1Hz dans notre cas). Nous avons donc un bruit de mesure qui est à peu près le double du bruit Johnson.

## Chapitre 3

# Résultats expérimentaux

### 3.1 Travail à très basse température

La grande majorité des mesures effectuées avant cette thèse avec des capteurs identiques ont été réalisés dans un cryostat à Helium 3 à des températures de l'ordre de 500mK. Au cours de mon travail, les mesures ont été effectuées dans un cryostat à dilution pouvant atteindre des températures de l'ordre de 20mK. Un certain nombre d'adaptations à ce nouvel environnement ont été nécessaires. En effet, en travaillant à des températures aussi basses, certaines limitations vont apparaître ou s'accroître comme nous avons pu le voir avec la résistance de Kapitza.

Dans le début de ce chapitre, nous commenterons les limitations que nous avons observées. Une fois fait, nous nous pencherons sur les solutions que nous avons apportées.

#### 3.1.1 Température réelle sur la membrane

Dans un premier temps, nous avons mesuré la variation de capacité calorifique de l'échantillon en fonction de la température pour une température de régulation allant de 25mK à 800mK. Le résultat obtenu est représenté sur la figure 3.1.

La figure 3.2 [96] donne quant à elle une courbe de variation de la température réelle sur la membrane ramenée à la température de régulation. Pour indication la chaleur spécifique de la membrane à 100mK est évaluée à 25pJ/K.

La température réelle est obtenue en mesurant la composante  $T_{DC}$  de la température de la membrane. Sur cette figure, on voit clairement que la température réelle est très différente de celle régulée par le TRMC2. Il y a une différence de  $\sim 150$ mK entre les deux. Les mesures ont donc été réalisées à une température réelle bien plus élevée de  $T=200$ mK. En conséquence, il a fallu réussir à diminuer la quantité  $T_{DC} - T_B = \frac{P_0^{ch}}{K}$  (où  $P_0^{ch}$  est la

---



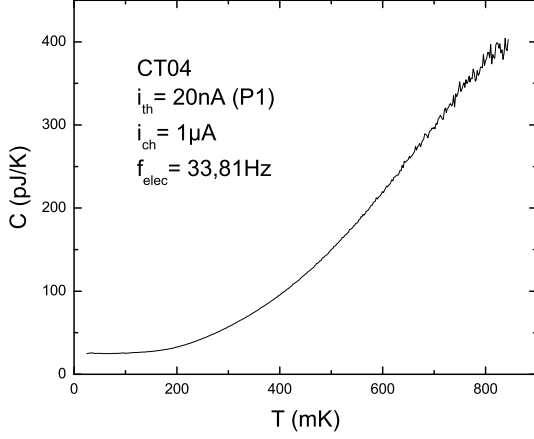


FIG. 3.1 – Variation de la chaleur spécifique en fonction de la température de régulation.

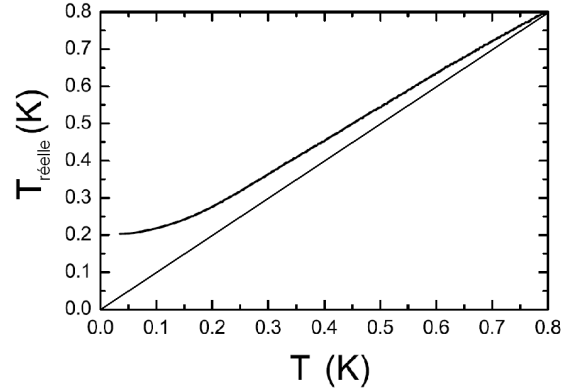


FIG. 3.2 – Rapport entre la température réelle sur la membrane et la température  $T$  de régulation du cryostat.

puissance injectée dans le chauffage) afin de se ramener à une température réelle sur la membrane plus proche de celle du cryostat. Notons pour commencer qu'un calcul de la puissance dissipée dans le chauffage et le thermomètre donne :

$$P_{ch} = R_{ch} I_{ch}^2 = 60 \times (10^{-6})^2 = 60 \text{ pW}$$

$$P_{th} = R_{th} I_{th}^2 = 6.10^4 \times (2.10^{-8})^2 = 24 \text{ pW}$$

ce qui nous donne une idée des puissances mises en jeu.

Nous en arrivons donc à la question de savoir comment réduire le plus possible  $T_{DC}$ . Plusieurs améliorations ont été décidées [96].

En ce qui concerne le chauffage qui dissipe la puissance principale, on sait que  $T_{DC} - T_B = \frac{P_0^{ch}}{K}$  et que  $\Delta T_{AC} \simeq \frac{P_0}{C\omega}$ . Une limitation importante est que les conditions d'adiabaticité imposent que la quantité  $\omega\tau \approx 5$  avec  $\tau = \frac{C}{K}$ . On a donc  $\frac{\Delta T_{DC}}{\Delta T_{AC}} = \omega\tau$  fixé. On ne peut donc pas réduire  $\Delta T_{DC}$  sans changer  $\Delta T_{AC}$ , les deux valeurs sont intrinsèquement liées. Or,  $\Delta T_{AC}$  est fixé (à quelques mK) par la physique et la température de travail. Par conséquent, l'une des améliorations choisie fut, pour un  $K$  fixé, de se placer artificiellement à une fréquence de travail plus basse, hors du plateau adiabatique. Ceci permet d'avoir un  $T_{DC}$  plus petit tout en ayant un  $T_{AC}$  plus grand.

Dans de telles hypothèses de travail, remarquons que la condition  $f \gg \tau^{-1}$  n'est plus vérifiée et que nous sommes donc dans un régime non-adiabatique. L'oscillation de température  $\delta T_{ac}$  n'est plus uniquement sensible à  $C$  mais aussi à  $K$ . Nous devons donc revenir aux équations 2.5 non simplifiées de manière à faire intervenir la nouvelle dépendance due à la conductance thermique de la membrane vers le bain.

Toujours dans l'optique de diminuer le  $T_{DC}$  au maximum, une seconde amélioration a été adoptée. Nous avons décidé d'augmenter la largeur des bras de suspension. En augmentant ainsi la fuite thermique  $K$  vers le bain, on obtient un  $T_{DC} - T_B = \frac{P_0^{ch}}{K}$  plus petit. De plus, ceci a l'avantage de nous permettre de travailler à une fréquence plus haute. Notons que concernant le thermomètre, en travaillant avec un capteur qui a une conductance thermique  $K$  vers le bain plus grande, on peut faire passer un courant dans le thermomètre plus grand et donc avoir une sensibilité bien meilleure puisque  $\Delta T_{DC}^{th} = \frac{P_{th}}{K}$ .

Ces deux changements pris en compte, évaluons maintenant le gain sur  $T_{DC}$  obtenu. Si l'on considère que l'augmentation de la largeur des bras a amplifié la conductance initiale  $K_1$  d'un facteur  $\beta$  tel que  $K_2 = \beta K_1$ , nous avons alors :

$$\delta T_{ac} = \frac{P_2}{\omega C} \left( 1 + \frac{1}{(\omega \tau_2)^2} \right)^{-1/2} \quad (3.1)$$

avec  $\tau_2 = C/K_2$  et  $P_2$  la puissance fournie par le chauffage. Le nouveau  $\delta T_{dc}$  peut alors s'exprimer sous la forme :

$$\delta T_{dc2} = \frac{\omega C}{K_2} \approx \frac{\delta T_{dc1}}{\beta} \sqrt{1 + \left( \frac{\beta}{\omega \tau_1} \right)^2} \quad (3.2)$$

Le gradient continu de température  $\delta T_{dc}$  se trouve donc bien réduit par les changements opérés. D'un point de vue pratique, la largeur des bras de suspension est passée d'une largeur de  $40\mu\text{m}$  à une largeur de  $200\mu\text{m}$  soit une augmentation d'un facteur  $\beta = 5$ . On obtient donc que :  $\delta T_{dc2} \approx \delta T_{dc1}/4.6$ . Ceci est une amélioration non négligeable qui a été vérifiée expérimentalement.

Lors d'une mesure réalisée avec un capteur présentant  $40\mu\text{m}$  de largeur de bras à une température de régulation du cryostat de 30mK, la conductance thermique vers le bain  $K$  était de  $34.10^{-11}\text{W/K}$  et la température réelle sur la membrane était de 200mK. Dans les mêmes conditions mais en utilisant un capteur affichant  $200\mu\text{m}$  de largeur de bras,  $K$  valait alors  $135.10^{-11}\text{W/K}$  et la température réelle sur la membrane n'était alors plus que de 60mK soit une amélioration de 140mK ce qui est un gain plus que correct. Le tableau 3.1 résume la baisse de température obtenue en augmentant la largeur des bras.

$T_{Cryostat}$	30mK	60mK	90mK
$T_{membrane}(l_B=40\mu\text{m})$	200mK	215mK	230mK
$T_{membrane}(l_B=200\mu\text{m})$	60mK	100mK	150mK

TAB. 3.1 – Température sur la membrane en fonction de la température du cryostat pour deux largeurs de bras  $l_B$  différentes.

Pour finir, abordons, la question de la perte de sensibilité inhérente à ces améliorations puisque désormais une partie de la puissance totale  $P_2$  dissipée dans le chauffage sera

absorbée par la conductance thermique (et non par la chaleur spécifique comme c'était le cas avant), sachant que :

$$P_2 = \sqrt{(\omega C \delta T_{ac})^2 + (K \delta T_{ac})^2} \quad (3.3)$$

Pour avoir une idée de la perte en sensibilité, on peut calculer le ratio  $\rho$  entre la puissance utilisée pour la mesure de chaleur spécifique et celle totale fournie par le chauffage.

$$\rho = \frac{\omega C \delta T_{ac}}{\sqrt{(\omega C \delta T_{ac})^2 + (K \delta T_{ac})^2}} \quad (3.4)$$

$$= \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{\beta}{\omega \tau_1}\right)^2}} \quad (3.5)$$

La figure 3.3 [96] nous donne la variation de  $\rho$  ainsi que du rapport  $\delta T_{dc2}/\delta T_{dc1}$  en fonction de  $\beta$ . On voit que si  $\beta$  devient trop important, la résolution tend vers 0 ce qui est logique puisque l'oscillation en température  $\delta T_{ac}$  ne présentera plus qu'une dépendance en  $K$ .

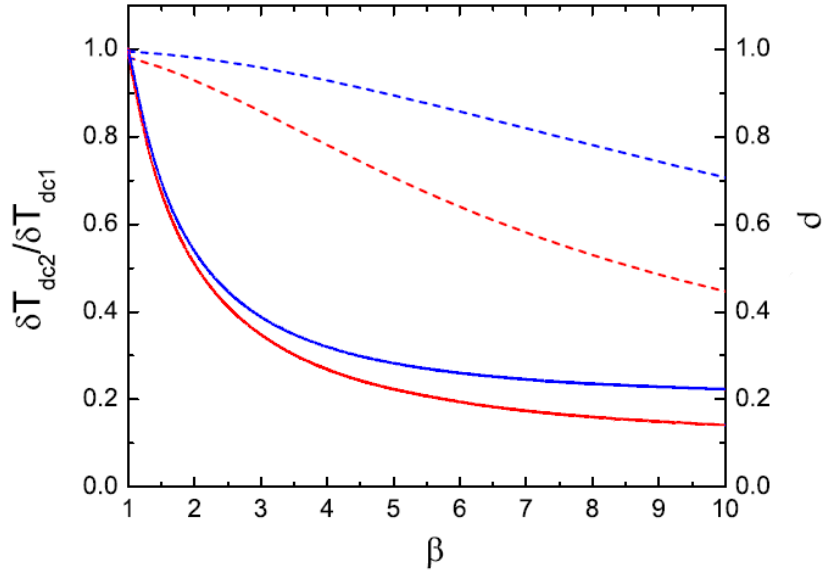


FIG. 3.3 – Ratio  $\rho$  (lignes continues) et rapport entre  $\delta T_{dc2}$  et  $\delta T_{dc1}$  (lignes pointillées) en fonction de  $\beta$  pour  $\omega \tau_1 = 5$  (en rouge) et  $\omega \tau_1 = 10$  (en bleu).

Dans notre cas de  $\beta = 5$ , on peut estimer numériquement la perte de sensibilité. Elle n'est que de 10% ce qui est correct au vu du gain sur le gradient continu de température.

On a obtenu une réduction significative de la composante continue sans pour autant sacrifier de manière trop importante la sensibilité.

Sur la figure 3.4, nous donnons une variation de chaleur spécifique en température réalisée sur un capteur présentant des bras de suspension élargis.

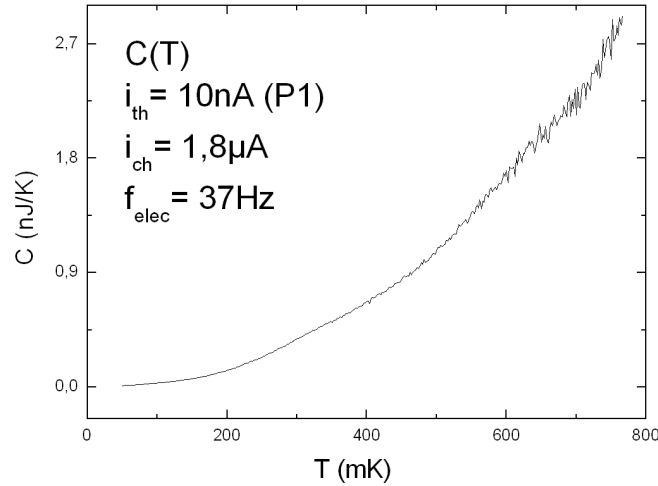


FIG. 3.4 – Variation de la chaleur spécifique en fonction de la température pour un capteur présentant des bras de suspension de  $200\mu\text{m}$ .

### 3.1.2 Effet de chauffage sous champ magnétique

Nous avons également rencontré des difficultés lors de l'application d'un champ magnétique. Il est apparu que lors des incréments en champ la température du cryostat augmentait. Cet effet de chauffage était d'amplitude variable suivant les rampes en champ comme nous pouvons le constater sur les figures 3.5 et 3.6.

La figure 3.5 montre la régulation en température sur une durée de 3 jours couvrant la réalisation de plusieurs courbes sous champ. On voit clairement que pour la mesure en champ effectuée le 29 Juin 2008, la température reste à peu près constante même si l'effet du chauffage est plus important à la fin qu'au début (cf zoom inset figure 5). En revanche, lors de la courbe précédente, la régulation en température est très difficile, la température pouvant monter jusqu'à 80mK.

Ce phénomène trouve probablement son origine dans la création de courants d'induction ou courants de Foucault au sein du porte-échantillon dont les effets n'ont pas le temps d'être compensés par la puissance frigorifique du cryostat.

Afin de contourner le problème, nous avons mis en place une rampe en champ présentant un petit intervalle entre deux valeurs de champ et donc entre deux mesures. Ceci a permis

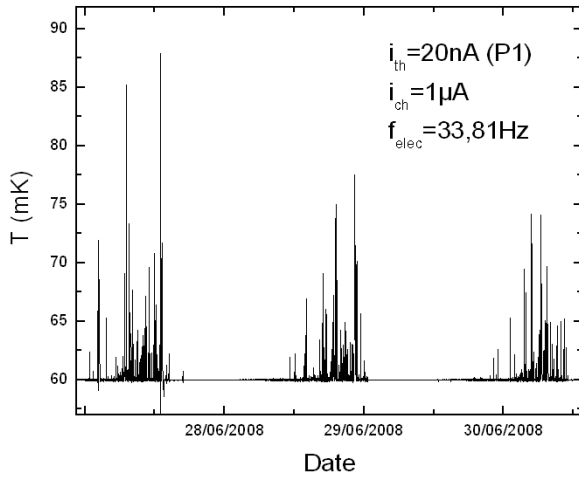


FIG. 3.5 – Variation de la température de régulation au cours du temps lors de la variation en champ magnétique.

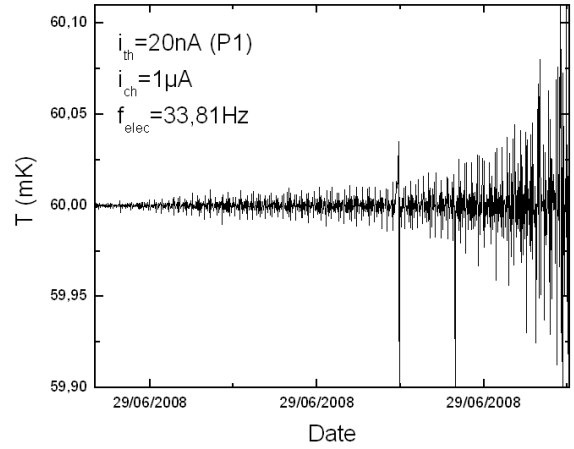


FIG. 3.6 – Zoom sur la variation de température au cours du 29 Juin 2008.

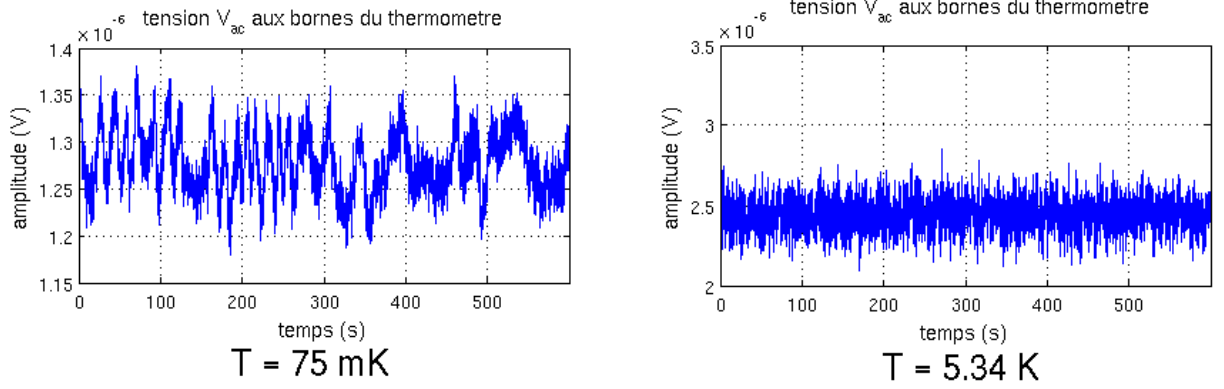
de réaliser des variations de chaleur spécifique en champ tout en maintenant une température de régulation à peu près constante. L'inconvénient est que le temps de réalisation des mesures s'en est trouvé augmenter et est devenu non négligeable (environ 15 heures par courbe lors des premiers runs à la température de base du cryostat).

Les mesures réalisées à des températures plus importante que la température minimale du cryostat ( $\sim 18\text{mK}$ ) nous ont permis une vitesse d'acquisition plus élevée de l'ordre de quelques heures par balayage (entre trois et quatre heures pour un balayage en champ).

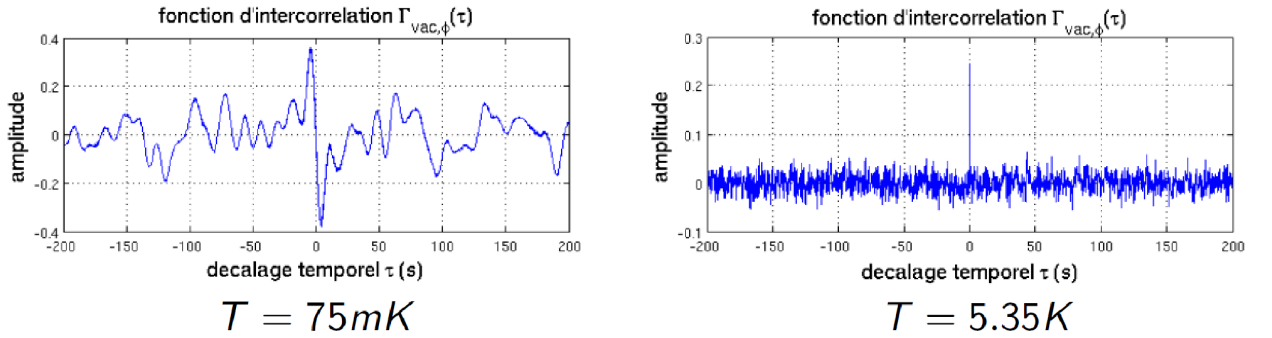
### 3.1.3 Bruit de mesure

Lors des mesures préliminaires de chaleur spécifique en dilution, nous avons pu constater à très basses températures un bruit bien plus important qu'à haute température. Le bruit sur le thermomètre étant bien entendu un des éléments clé de l'étude considérée, nous avons essayé d'avoir un peu plus d'information sur ce problème en comparant le bruit entre deux températures différentes : 75mK et 5.34K (fig.3.7).

Nous pouvons constater que le bruit semble se structurer à basses températures. L'origine de cette particularité n'est pas comprise. Nous pouvons supposer que les fluctuations thermiques à l'intérieur de la salle d'expérience influent sur certains appareils de la chaîne de mesure et ont donc une part de responsabilité. Une solution envisageable serait de doter la pièce d'un climatiseur permettant ainsi d'en réguler la température et de gagner en sensibilité.

FIG. 3.7 – Mesure de bruit à  $T=75\text{mK}$  et  $T=5.34\text{K}$ .

Pour finir, nous avons étudié le comportement du bruit sur le module de la chaleur spécifique comparativement à celui sur la phase du signal. Pour cela, nous avons réalisé la fonction d'intercorrélation entre les deux composantes. Le résultat est donné fig.3.8.

FIG. 3.8 – Fonction d'intercorrélation entre le module et la phase du signal à  $T=75\text{mK}$  et  $T=5.35\text{K}$ .

Sur cette figure, il apparaît qu'à très basses températures, le bruit sur le module et la phase du signal sont fortement corrélés. Ceci montre que leur origine physique est identique.

## 3.2 Protocole expérimental

### 3.2.1 Les objets

Les anneaux mésoscopiques que l'on étudie sont des anneaux d'argent. Leur dimension est de  $\sim 600\text{nm}$  de diamètre,  $\sim 100\text{nm}$  d'épaisseur de bras et  $34\text{nm}$  d'épaisseur. On estime

à 3.7 millions le nombre d'anneaux présents sur la membrane entre le chauffage et le thermomètre.

Comme nous l'avons vu au chapitre 2, les conditions de réalisation de ces anneaux assurent l'obtention d'un argent extrêmement pur qui va présenter une longueur de cohérence de phase  $L_\varphi$  de l'ordre de 10 microns ce qui est bien supérieur au périmètre  $L$ . Pour finir, évoquons l'énergie de Thouless pour notre échantillon que nous évaluons, pour un coefficient de diffusion électronique  $D$  de  $200\text{cm}^2.\text{s}^{-1}$ , à :

$$E_C/k_B = \frac{\hbar D}{k_B(2\pi R)^2} = 43\text{mK} \quad (3.6)$$

De plus, on a  $E_C/k_B T = (L_T/L)^2$  où  $L_T = \sqrt{\hbar D/k_B T}$  est la longueur de diffusion. A  $100\text{mK}$ , nous obtenons que  $L_T \simeq 1.2\mu\text{m}$  ce qui est plus petit que le périmètre des anneaux que nous étudions.

Nous pouvons donc constater que les objets mesurés présentent bien l'ensemble des propriétés adéquates à l'apparition et l'observation des courants permanents.

### 3.2.2 Périodicité en chaleur spécifique attendue

Dans la partie théorique de ce manuscrit, nous avons exposé que lorsque l'on place des anneaux de taille mésoscopique à basse température, les courants permanents qui les parcourent peuvent être modulés par l'application d'un champ magnétique. Ils sont alors périodiques en champ de période  $\phi_0^N = h/e$  ou  $\phi_0^S = h/2e$ .

Dans notre cas, connaissant les dimensions des anneaux étudiés, nous sommes en mesure de déterminer la fréquence d'oscillation théorique attendue. Le flux  $\phi$  est défini par :  $\phi = BS$  où  $B$  est le champ magnétique et  $S$  la surface délimitée par l'anneau. Nos anneaux présentant sur le capteur étudié un rayon de  $290\text{nm}$ , on a donc :

$$S = \pi R^2 = \pi(290.10^{-9})^2 = 2.6.10^{-13}\text{m}^2 \quad (3.7)$$

ce qui nous donne une périodicité attendue en champ de  $B = 7.5\text{mT}$  pour  $\phi_0^S$  et de  $B = 15\text{mT}$  pour  $\phi_0^N$ .

Notons que nos anneaux ayant une largeur de bras non nulle de  $140\text{nm}$  exactement, les courants peuvent autant circuler sur le rayon extérieur que sur le rayon intérieur (fig.3.9).

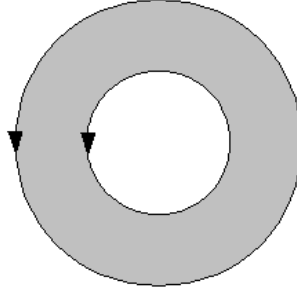


FIG. 3.9 – Circulations possibles des courants dans un anneau.

Il est donc plus approprié de définir une zone dans laquelle la fréquence d'oscillation est attendue limitée par le rayon intérieur de 220nm et par le rayon extérieur de 360nm. On a donc :

$$5mT < \frac{\phi_0^S}{S} < 13mT \quad (3.8)$$

Cette inégalité détermine la zone où une oscillation de périodicité  $\phi_0^S = h/2e$  (valeur théorique privilégiée pour une assemblée d'anneaux) apparaîtrait.

### 3.2.3 Mesures sous champ magnétique, protocole d'acquisition

Comme expliqué précédemment, les mesures en champ doivent être réglées de manière à éviter tout phénomène de chauffage. Les mesures présentées par la suite sont donc des balayages en champ pilotés par Labview et allant de 0mT à 46mT par pas de 0.045mT (soit une consigne de 0V à 2.5575V par pas de 0.0025mV appliqué au calibrateur 3200C du générateur de champ magnétique positionné sur un calibre de 1A ) soit 1024 points par rampe.

Le choix de 1024 points n'est pas innocent, il a été arrêté de manière à avoir un nombre de points en  $2^N$  (avec ici  $N = 10$ ) ce qui est plus pratique pour effectuer un traitement sur les signaux une fois ceux-ci acquis.

Pour chaque valeur de  $H$ , la mesure est moyennée sur une durée d'environ 10 secondes ce qui fixe la durée d'un balayage en champ à trois heures. Cette configuration, bien que relativement lente, s'est révélée adaptée à la réalisation des nombreuses rampes en champ. L'image ci-dessous donne un exemple de variation de chaleur spécifique en fonction du champ réalisée dans cette configuration.



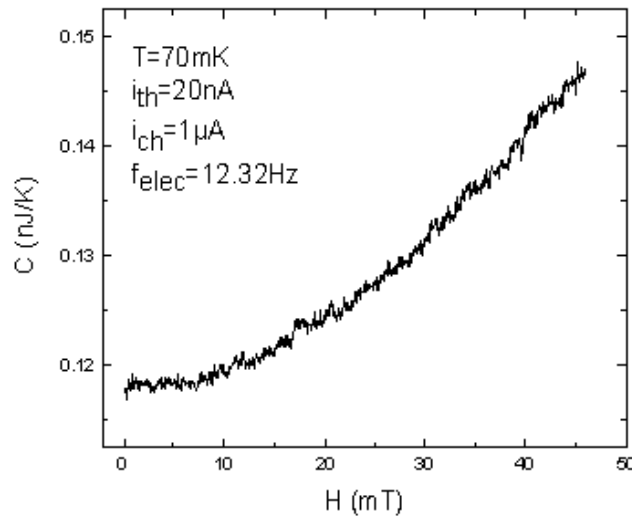


FIG. 3.10 – Variation de la chaleur spécifique en fonction du champ magnétique.

Il faut noter que l'amplitude de la chaleur spécifique obtenue correspond à l'ensemble des éléments de la membrane : le silicium qui la compose, le cuivre du chauffage, le nitrure de niobium du thermomètre et enfin les anneaux d'argent.

A 100mK, la chaleur spécifique attendue est de quelques  $10^{-13}$ J/K pour la membrane en silicium, de  $3 \cdot 10^{-13}$ J/K pour le chauffage en cuivre et de  $\simeq 3 \cdot 10^{-13}$ J/K pour le thermomètre en NbN.

Pour trois millions d'anneaux ( $\mathcal{N}$ ) présents sur la membrane, sachant que la masse volumique de l'argent est  $\rho = 10.5 \text{ g/cm}^3$ , la masse d'argent déposée est de  $m_{Ag} = \rho \mathcal{N} V$  soit  $\sim 300 \text{ ng}$ . La chaleur spécifique de l'argent à 1K étant de  $C_p^{Ag} = 10^{-5} \text{ J/gK}$ , on prévoit une chaleur spécifique due à l'argent de  $C_p^{Ag} \simeq 3 \cdot 10^{-13} \text{ J/K}$ .

Ceci nous donne une chaleur spécifique totale attendue à 100mK de quelques  $10^{-12} \text{ J/K}$ . La contribution due uniquement aux anneaux sera donc proche de 20% du signal total ce qui n'est pas négligeable.

Au vu de l'amplitude des courants permanents attendue, on ne peut bien évidemment rien discerner sur une unique courbe en champ. Afin d'augmenter au maximum la résolution de notre signal, une centaine de rampes totalement identiques les unes aux autres ont été réalisées dans l'optique de les moyenner après un traitement du signal approprié. Sous l'angle pratique, ces courbes ont été recueillies à la suite en balayant en champ magnétique selon le cycle suivant :

$$0mT \longrightarrow 46mT \longrightarrow 0mT \longrightarrow -46mT \longrightarrow 0mT \quad (3.9)$$

toujours par pas de 0.045mT.

Pour finir, il faut souligner le fait que la chaleur spécifique présente une augmentation en champ de l'ordre de  $\sim 20\%$  qui n'est pas attendue théoriquement. Cette composante sera traitée et supprimée comme nous l'expliquerons plus en détail dans le prochain chapitre. Une explication avancée pour expliquer ce 'background' a été l'existence d'une magnétorésistance sur le thermomètre en NbN ce que nous avons cherché à vérifier.

### 3.2.4 Magnétorésistance du thermomètre de la membrane

Pour tenter d'expliquer l'existence d'un 'background', nous avons testé avant toute chose la magnétorésistance de la Germanium en travaillant à puissance constante. Pour une puissance imposée à la germanium de  $41\text{nW}$ , la température du cryostat se fixait aux alentours de  $59\text{mK}$ . En faisant varier le champ magnétique, cette valeur n'a pratiquement pas changé excluant donc l'existence d'une magnétorésistance sur la Germanium.

Nous avons ensuite testé le thermomètre en NbN en mesurant sa résistance en 4 fils sous champ avec les mêmes paramètres que lors des mesures (figure 3.11).

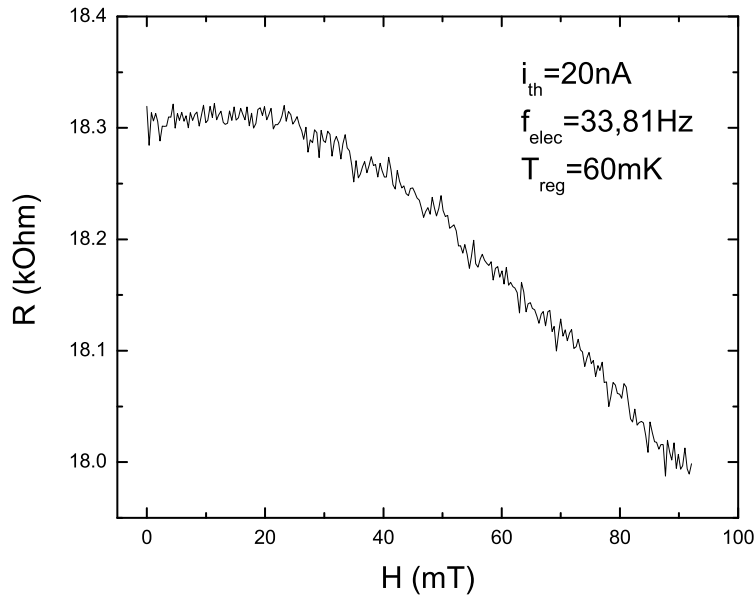


FIG. 3.11 – Variation de la résistance du NbN en fonction du champ magnétique.

On trouve bien une dérive de la résistance avec le champ mais elle n'est que de l'ordre de quelques pourcents ce qui n'est pas comparable avec la variation de  $C$  et ne peut donc pas l'expliquer. En effet sur une plage de  $46\text{mT}$ , la résistance du thermomètre présente une variation de  $0.5\%$  de sa valeur. Ceci se traduit par une variation identique sur la valeur

de  $T_{dc} = P_{th}/K$  (où  $P_{th} = R_{th}I_{th}^2$ ). La température de la membrane ( $T = T_{Bain} + T_{dc}$ ) présentera donc en moyenne un changement en champ de l'ordre de 0.2% ce qui sur C représente une variation plus que négligeable qui n'explique pas l'évolution de 20% observée.

Le 'background' de la chaleur spécifique sous champ reste donc incompris.

### 3.2.5 Effet de la température

Dans la perspective d'étudier la dépendance en température des courants permanents, une étude dans ce sens a été mise en place. En effet, le protocole de balayage en champ détaillé dans le chapitre précédent a été appliqué à trois températures différentes à savoir 70mK, 100mK et 150mK. Ces températures sont les températures réelles sur la membrane et non celles de régulation du cryostat. Nous nous attendons à voir une augmentation de l'amplitude des courants permanents à mesure que la température décroît.

---

## Chapitre 4

# Traitement du signal

Lors des chapitres précédents, nous avons vu que notre but était de mettre en évidence une oscillation en champ de la chaleur spécifique. L'amplitude de cette oscillation est très faible, elle ne peut pas ressortir sur une unique courbe  $C(H)$ . Un travail important de traitement du signal a donc été nécessaire de manière à estimer et caractériser une quelconque signature. Le principe fondateur de ce traitement est d'appliquer aux signaux une fonction qui permettra d'analyser les composantes spectrales et de détecter toute périodicité. Dans un premier temps, nous nous intéresserons plus précisément aux outils de traitement du signal qui ont été appliqués. Nous décrirons ensuite les différentes étapes qui ont été nécessaires pour effectuer un traitement approprié. Nous terminerons avec une présentation des résultats obtenus.

### 4.1 Fonctions utilisées

Les signaux mesurés à l'Institut Néel ont été traités et analysés en collaboration avec Julien Huillery et Jérôme Mars du département Image et Signal du Gipsa-Lab à Grenoble. Le diagramme suivant (fig.4.1) résume le traitement réalisé sur chacune des courbes.

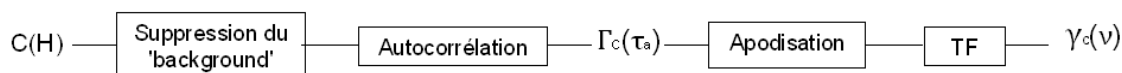


FIG. 4.1 – Chaîne de traitement des signaux étudiés.

Il s'applique aux variations en champ de chaleur spécifique  $C(H)$  mesurées. La première étape repose sur la soustraction du 'background' en champ observé. Nous détaillerons précisément de quelle manière dans la prochaine partie.

Comme nous pouvons le voir sur le diagramme différentes fonctions propres au monde du traitement du signal sont utilisées au cours de cette analyse telles que :

- la transformation de Fourier (TF) qui permet de décrire le spectre fréquentiel  $TF[f](\nu)$  d'une fonction  $f(x)$  suivant la formule :

$$TF[f](\nu) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x)e^{-2i\pi\nu x}dx \quad (4.1)$$

où  $\nu$  est la variable fréquentielle.

- la fonction d'autocorrélation  $\Gamma(\tau_a)$  qui est un outil mathématique permettant de détecter des périodicités dans un signal. Elle décèle les structures se répétant dans un signal pris en deux temps différents soit dans notre cas pris en deux valeurs de champ magnétique différentes séparées d'un intervalle  $\tau_a$ . Cette fonction peut s'écrire sous la forme :

$$\Gamma_C(\tau_a) = \lim_{X \rightarrow \infty} \frac{1}{2X} \int_{-X}^X C(\phi)C(\phi - \tau_a)d\phi \quad (4.2)$$

- la densité spectrale de puissance (DSP) qui donne la répartition du signal suivant les différentes fréquences qui le compose. Le théorème de Wiener-Khintchine nous indique que la DSP d'un signal et la fonction d'autocorrélation du signal considéré sont liés par une paire de transformée de Fourier :

$$\gamma_C(\nu) = TF[\Gamma_C](\nu) \quad (4.3)$$

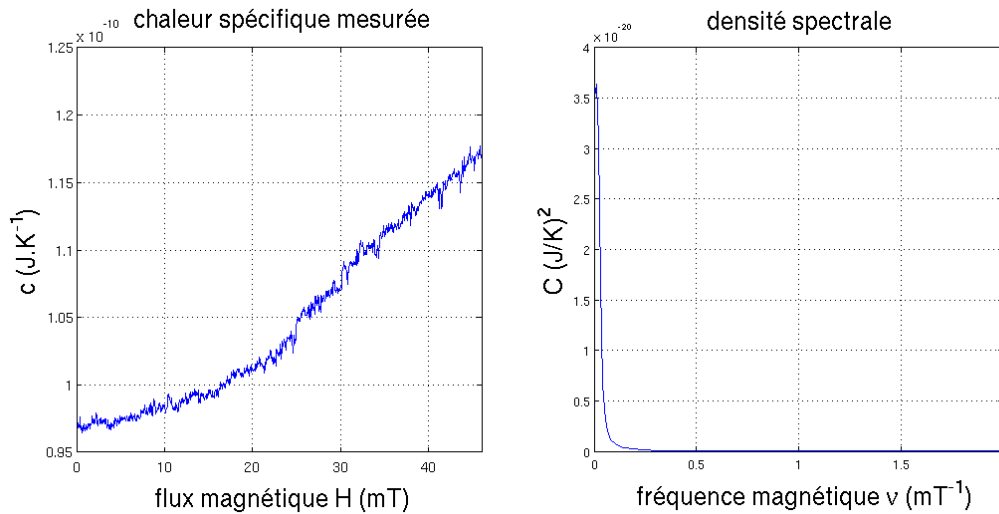
Ces fonctions, utilisées à bon escient, vont nous permettre de faire ressortir les périodicités des signaux que nous avons mesuré. C'est le but qui est recherché par l'application d'une autocorrélation suivie d'une transformée de Fourier.

Notons que l'étape réalisée juste après l'autocorrélation consiste à multiplier le signal  $\Gamma_C(\tau_a)$  obtenu par une fenêtre d'apodisation  $f$  (fenêtre de Hanning sur 2048 points). Ceci permet un lissage en fréquence mais n'a pas d'effet décisif sur notre signal.

Une fois, la transformée de Fourier appliquée à la fonction d'autocorrélation lissée, nous obtenons une estimation de la densité spectrale de puissance. L'analyse de cette DSP nous permettra d'identifier d'éventuels pics de puissance et donc d'éventuelles périodicités.

## 4.2 Suppression de la tendance

Les courbes de variation de chaleur spécifique en fonction du champ magnétique que nous avons recueillies montraient toutes un 'background', une augmentation en champ de la valeur moyenne de  $C$ . Ce phénomène incompris est bien entendu problématique car créant une contribution importante aux basses fréquences. N'étant pas à moyenne nulle, il y aura une puissance non négligeable à la fréquence zéro de toute densité spectrale calculée comme nous pouvons le voir sur la fig.4.2 :

FIG. 4.2 – Densité spectrale appliquée à une courbe  $C(H)$ .

Ce problème masquant toutes les autres fréquences et empêchant toute exploitation du signal enregistré, la première étape a été de le résoudre en supprimant cette augmentation de  $C$  en champ. Pour cela, il a été décidé de réaliser un fit polynomial de la courbe et de le soustraire. Après une étude systématique sur les ordres (de 1 à 11), une régression polynomiale de degré trois s'est révélée adaptée car suffisamment élevée pour suivre la montée et suffisamment faible pour ne pas supprimer toutes variations qui pourraient nous intéresser.

La figure 4.3 montre le fit d'ordre trois (en rouge) superposé à la courbe  $C(H)$  (en bleu). On peut voir sur la densité spectrale calculée à partir de la courbe de régression et donnée à droite sur la figure qu'un tel fit ne supprimera pas de fréquences plus que nécessaire. La soustraction agira lors du calcul de la densité spectrale de puissance comme un filtre passe-haut (de gain  $G(\nu)$  permettant de réduire la contribution des basses fréquences propres à la tendance :

$$\begin{array}{c}
 \mathbf{C(t)-p(t) = Co(t) \quad (\text{domaine temporel}) \\
 \downarrow \\
 \mathbf{C(f)*G(f) = Co(f) \quad (\text{domaine fréquentiel})}
 \end{array}$$

La courbe de chaleur spécifique en fonction du champ magnétique obtenue une fois le 'background' soustrait est donnée fig.4.4.

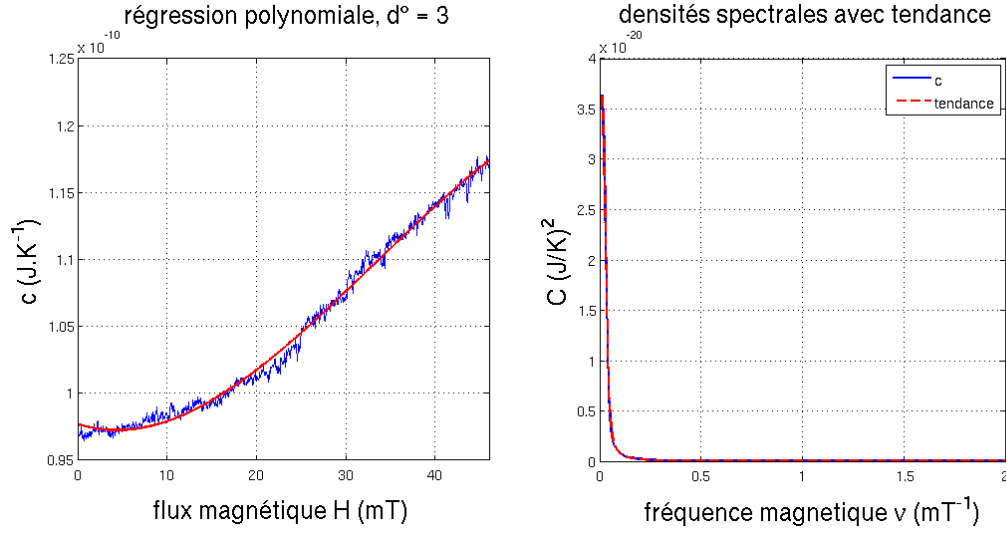


FIG. 4.3 – Densité spectrale appliquée à une courbe  $C(H)$  (en bleu) et à sa régression polynomiale de degré 3 (en rouge).

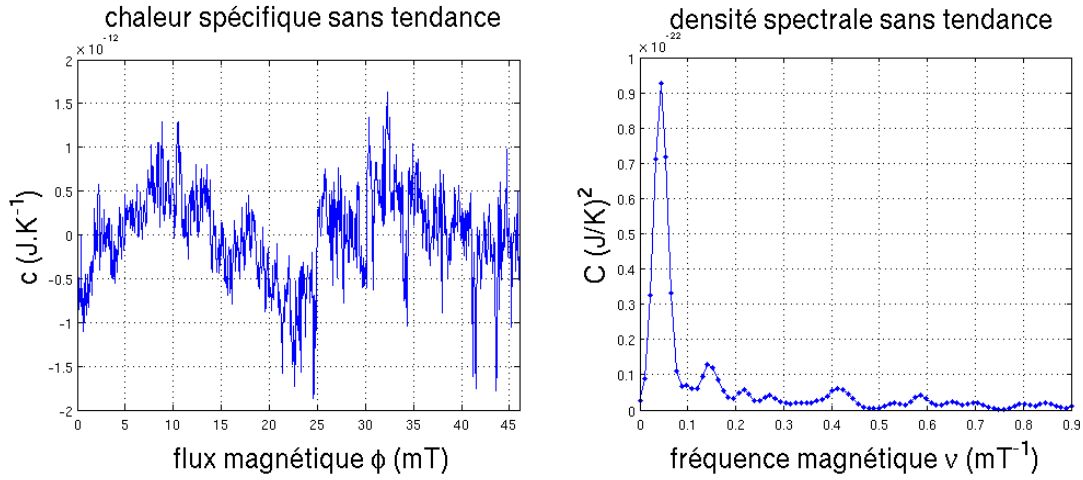


FIG. 4.4 – Densité spectrale appliquée à une courbe  $C'(H) = C(H) - \text{fit}[C(H)]$ .

Bien qu'une contribution perdure aux plus basses fréquences, la densité spectrale est désormais en mesure de mettre en évidence d'autres périodicités éventuelles du signal comme nous pouvons le constater sur la fig.4.4. Sur la courbe  $C(H)$  (dont le 'background' a été soustrait) donnée à gauche de la figure, on observe une sinusoïde de 24mT de période. Cette oscillation se traduit alors dans le domaine fréquentiel (donné à droite sur la figure) par un pic de puissance clairement visible à la position  $1/24=0.041\text{m}^{-1}$ .

Bien sûr, comme nous l'avons déjà dit, aucune conclusion ne peut être tirée d'une courbe unique. La moyenne sur un très grand nombre est nécessaire.

Une autre technique, présentée par N.E. Huang et al. en 1998 [97], a également été expérimentée pour supprimer la tendance sous champ. Il s'agit de la décomposition modale empirique (EMD) [98, 99, 100].

L'EMD décompose un signal oscillant en une partie "rapide" superposée à une partie "lente". Cette dernière peut à son tour être décomposée de la même manière. On parle alors d'IMF (Intrinsic Mode Function). La partie "rapide" s'identifie localement par l'intervalle entre extrema successifs.

Dans notre cas, cela a permis d'obtenir un fit des courbes  $C(H)$  un peu plus précis. Le résultat d'un tel traitement est donné ci-après (fig.4.5) :

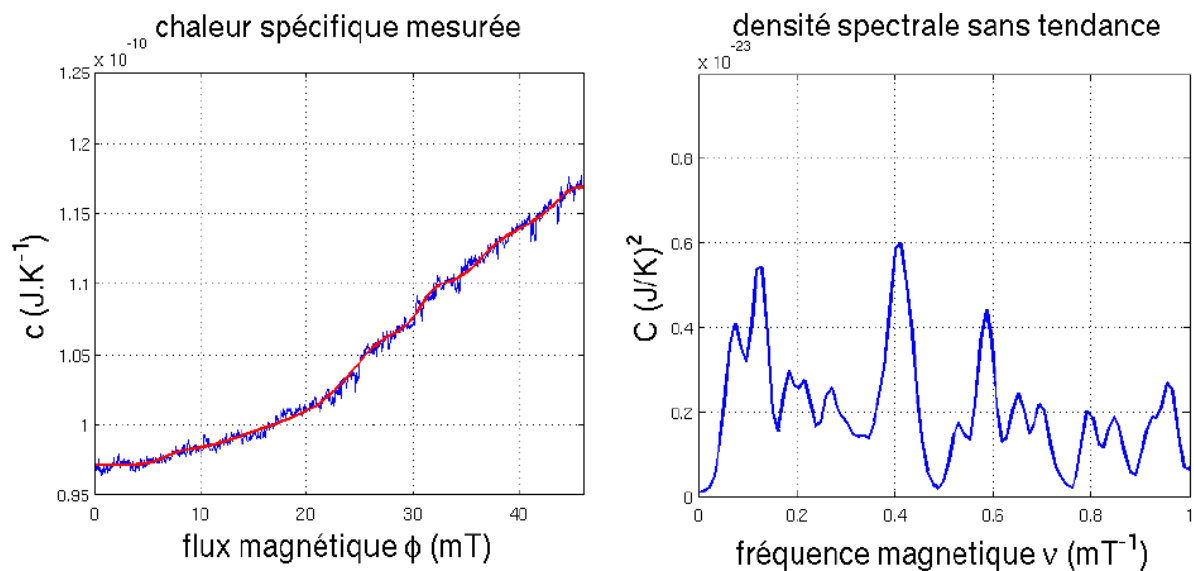


FIG. 4.5 – Densité spectrale appliquée à une courbe  $C'(H) = C(H) - emd[C(H)]$ .

Sur la gauche de la figure apparaît en bleu le signal de chaleur spécifique brut et en rouge le fit obtenu par la méthode de l'EMD. La densité spectrale correspondant à la soustraction des deux est donné à droite sur la figure.

On voit que la suppression des basses fréquences est plus importante que précédemment. Elle n'est pas très éloignée de la zone qui nous intéresse.

La figure suivante (fig.4.6) accole sur le même graphe les deux méthodes de modélisation (par fit polynomial de degré trois et par EMD) :



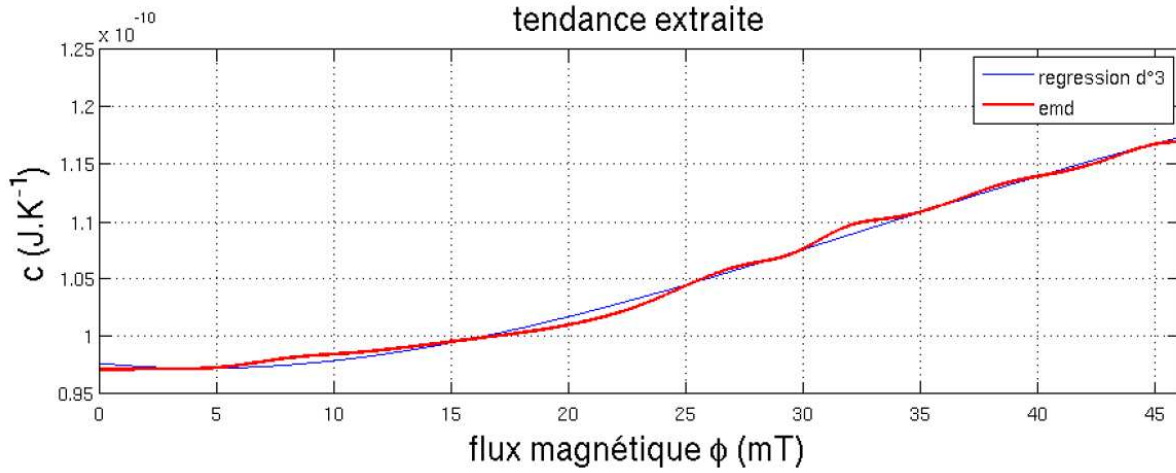


FIG. 4.6 – Comparaison des fits de tendance réalisé par régression polynomiale (en bleu) et par EMD (en rouge).

La méthode par EMD semble intéressante mais elle n'est pas dénuée de défauts. En effet le rapport entre l'amplitude des oscillations et la tendance est trop faible. Le signal dû aux courants permanents pourrait s'en trouver affecter.

De plus, la décomposition produite par l'EMD ne dépend pas de filtres fréquentiels fixés à priori. C'est ce que l'on appelle une décomposition adaptative c'est à dire que la décomposition créée est entièrement dépendante du signal lui-même, elle est pilotée par les données (on parle de data driven). Ceci implique que appliquée à une centaine de courbes comme c'est le cas ici, le filtre passe-haut équivalent ne sera jamais exactement le même pour chacun des signaux. La fréquence de coupure variera d'une courbe à l'autre. L'interprétation finale de la DSP en sera donc extrêmement délicate.

Les raisons énoncées ci-dessus nous ont décidé à opter pour la méthode par régression polynomiale de degré trois.

### 4.3 Analyse des signaux mesurés

Chaque courbe  $C(H)$  possédant deux composantes, le module et la phase, elles ont toutes les deux été analysées suivant le même traitement décrit fig.4.1. La figure 4.7 montre le résultat de l'autocorrélation et la densité spectrale de puissance pour le module (en bleu) et la phase (en rouge) d'une courbe  $C(H)$  unique (chacune de ces valeurs ayant été normalisées afin de pouvoir les comparer).

Sur la partie correspondant à la densité spectrale, une étude a montré que les tendances éliminées sur les signaux  $C(H)$  brut par la régression polynomiale correspondaient à des

fréquences inférieures à 0.05Hz ce qui confirme bien que l'effet sur la densité spectrale dans la zone qui nous intéresse est négligeable. La courbe verte sur la figure 4.7 souligne les correspondances entre la phase et le module.

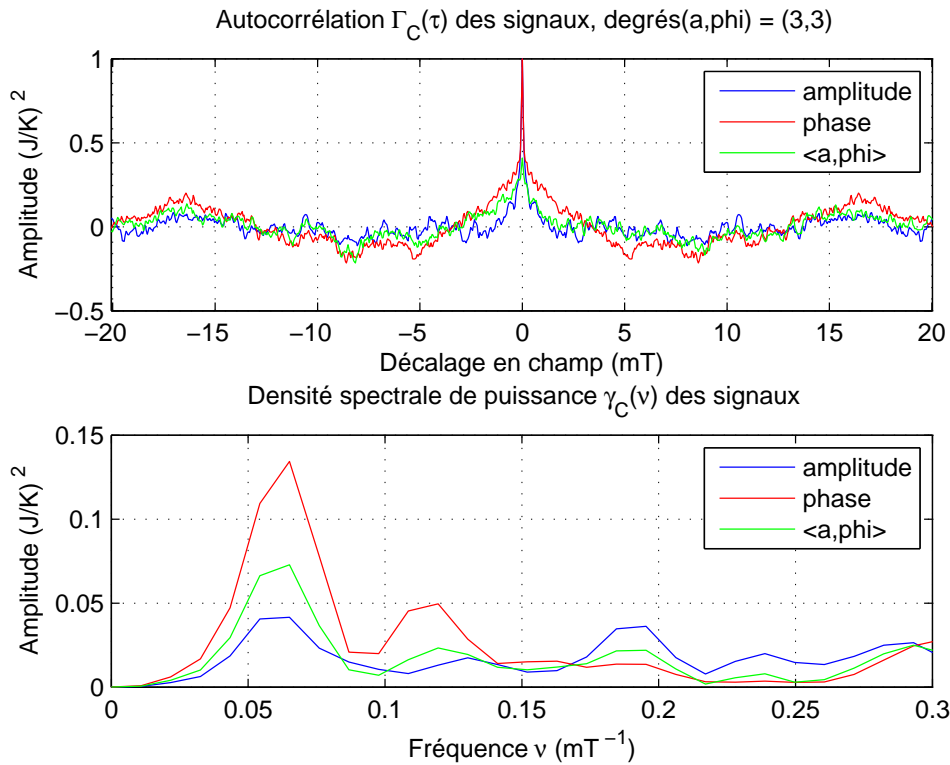


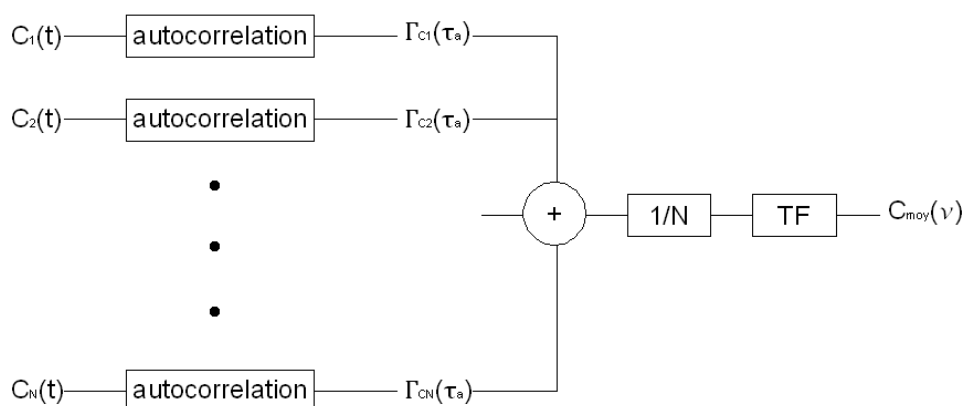
FIG. 4.7 – Autocorrélation et densité spectrale de puissance appliquée au module et à la phase d'un signal  $C(H)$  unique.

## 4.4 Traitement du module du signal, sensibilité de la mesure

Dans cette partie, nous allons nous intéresser à la densité spectrale de puissance obtenue en traitant uniquement le module de la capacité calorifique. Après avoir traité l'ensemble des courbes donnant le module de la capacité calorifique en fonction du champ, on réalise la moyenne sur l'ensemble pour observer le résultat comme schématisé fig.4.8.

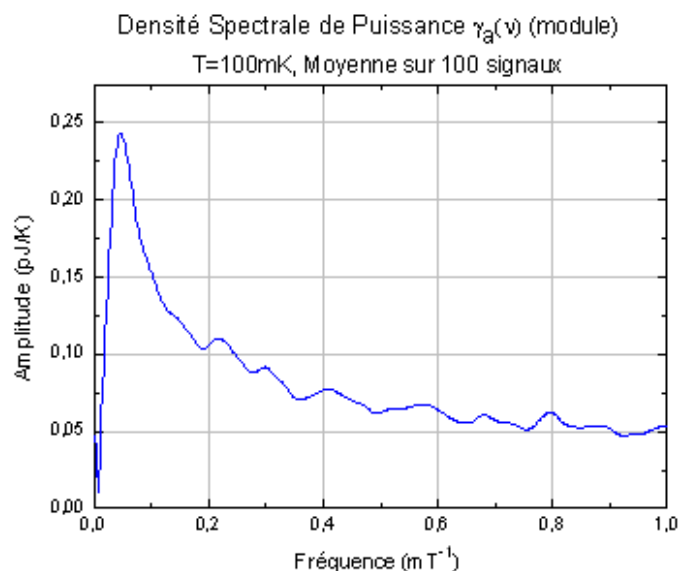
Le schéma 4.8 est un schéma simplifié. Les étapes de soustraction du 'background' et de multiplication du signal d'autocorrélation par une fenêtre d'apodisation n'ont pas été indiquées pour plus de clarté.

Enfin, il faut souligner que l'on aurait pu réaliser la transformée de Fourier avant de

FIG. 4.8 – Moyenne sur l'ensemble des  $C(H)$  traités.

moyenner sur les signaux en champ. La TF étant une fonction linéaire, les deux méthodes donneraient des résultats identiques.

La moyenne a été réalisée sur une centaine de signaux et ce à trois températures différentes (60mK, 100mK et 150mK). Le schéma suivant (fig.4.9) donne le résultat final pour  $T=100\text{mK}$  :

FIG. 4.9 – Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des  $C(H)$  traités à  $T=100\text{mK}$ .

Sur cette courbe, on ne peut pas détecter de périodicité particulière. Aucun pic ne

semble se détacher du fond.

Cette courbe a été obtenue avec une soustraction du 'background' réalisée avec un polynôme de degré trois. A titre indicatif, le même traitement a été réalisé en utilisant l'EMD comme technique de soustraction de tendance. La courbe suivante compare les deux résultats.

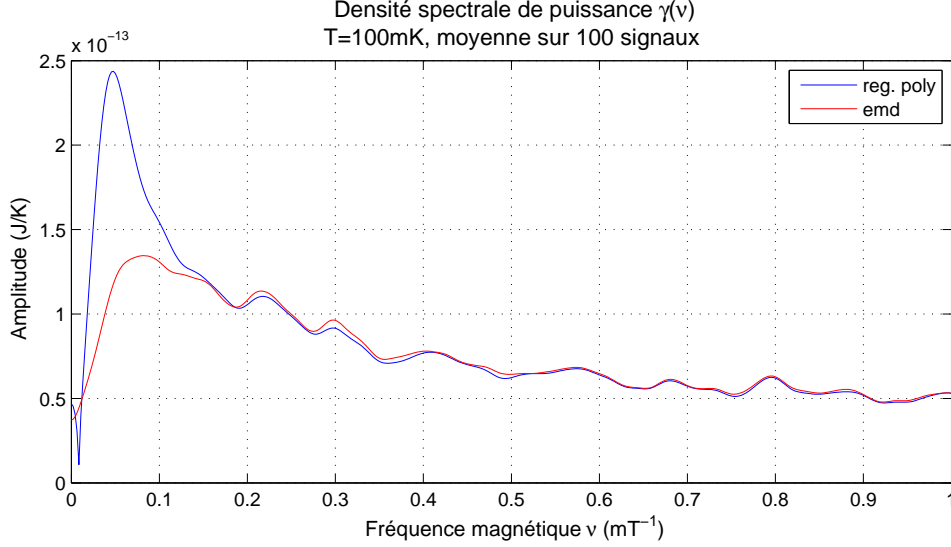


FIG. 4.10 – Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des C(H) traités à T=100mK.

Nous voyons qu'avec les deux méthodes, les mêmes périodicités sont détectées. Seules les plus basses fréquences sont d'avantage filtrées avec l'EMD.

Pour finir, comparons avec le résultat obtenu pour les deux autres températures (60mK et 150mK) en superposant les trois moyennes sur un même graphique (fig.4.11).

Nous ne détectons pas de périodicité sur les courbes obtenues quelle que soit la température étudiée. Néanmoins, le bruit étant principalement constitué de fréquences élevées, nous pouvons en regardant le signal de DSP aux hautes fréquences déterminer la sensibilité maximale sur la chaleur spécifique que nous avons atteint. Nous trouvons une sensibilité  $\Delta C$  de quelques  $10^{-14}$  J/K, soit  $\sim 10^{-21}$  J/K ( $\sim 72k_B$ ) par anneau. Le signal que nous cherchons à mesurer présente donc une amplitude inférieure à cette valeur. Enfin, connaissant la chaleur spécifique à champ nul à 150mK ( $C_{150mK} = 9.1 \cdot 10^{-11}$  J/K), nous pouvons en déduire le rapport signal sur bruit obtenu à cette température :

$$\frac{\Delta C}{C_{150mK}} \simeq \frac{10^{-14}}{9.1 \cdot 10^{-11}} \simeq 10^{-4} \quad (4.4)$$

Le calcul du rapport signal sur bruit à 60mK et 100mK, réalisé selon le même principe, donne des valeurs similaires.

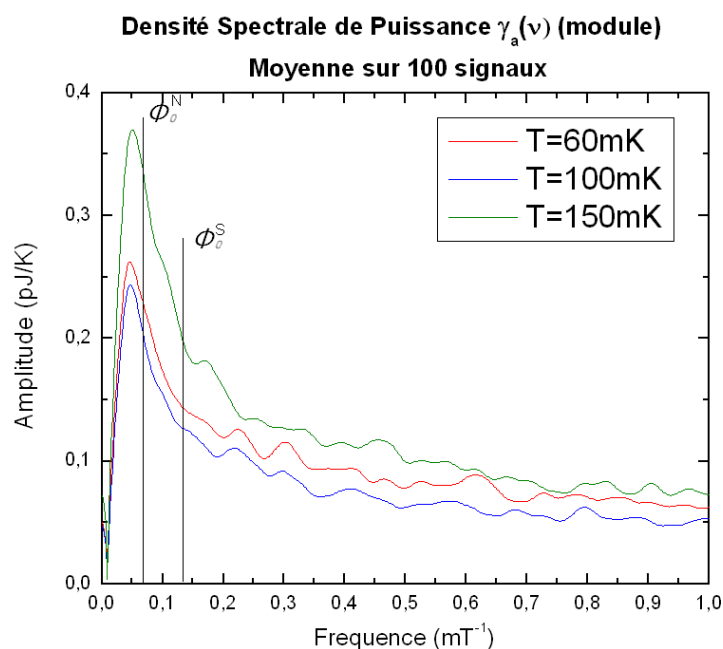


FIG. 4.11 – Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des  $C(H)$  traités à trois températures différentes.

## 4.5 Traitement de la phase du signal

Une fois le module traité, il a été décidé de faire subir exactement le même traitement à la phase du signal. La figure 4.12 montre un exemple de signal sur la phase en fonction du champ magnétique.

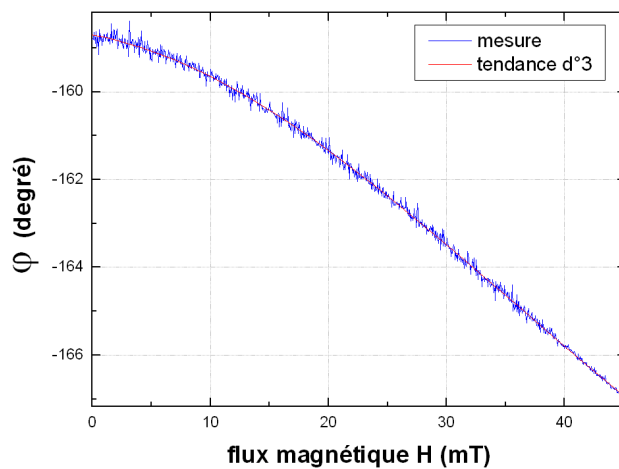


FIG. 4.12 – Variation de la phase en fonction du champ magnétique.

Comme dans le cas du module, nous observons un 'background' sur le signal pouvant gêner l'exploitation des données et que nous avons donc cherché à enlever. Une fois ce 'background' soustrait par la même méthode de régression linéaire de degré trois, la densité spectrale de puissance des courbes est calculée suivant le processus de la fig.4.1. La fig.4.13 donne le résultat pour une courbe unique.

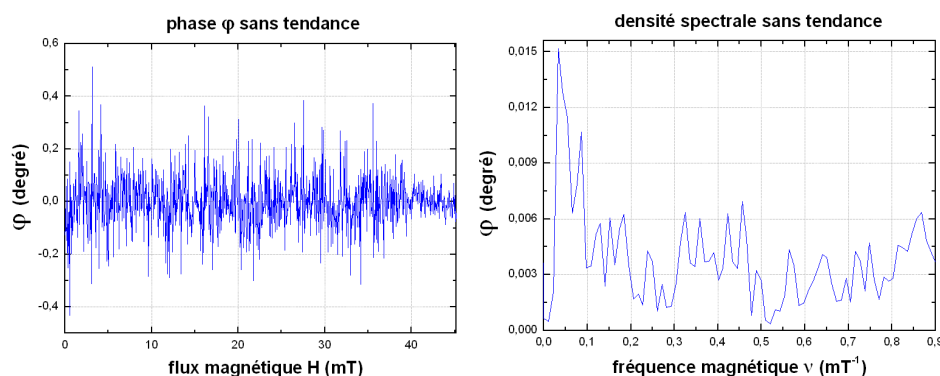


FIG. 4.13 – Densité spectrale appliquée à une courbe  $\tan\phi(H) = \tan\phi(H) - \text{fit}[\tan\phi(H)]$ .

Comme indiqué précédemment, un résultat similaire doit être normalement observé sur la phase et le module. Il s'est révélé que ce n'était pas le cas. En effet, une fois la moyenne réalisée sur les cent courbes de phase mesurées à une température donnée, nous nous sommes aperçus que le résultat différait de celui obtenu pour le module.

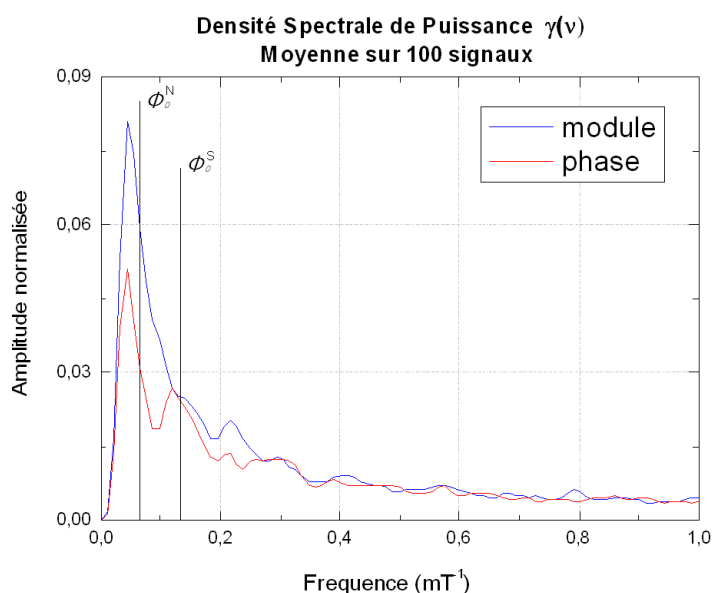


FIG. 4.14 – Moyenne des DSP calculées pour le module (en bleu) et la phase (en rouge) en fonction du champ magnétique à  $T=100\text{mK}$ .

Sur la figure 4.14 donnant le résultat sur le module et la phase (les deux ayant été normalisés de manière à pouvoir les comparer) pour  $T=100\text{mK}$ , on peut distinguer sur le signal de phase un pic à une fréquence de  $0.11\text{mT}^{-1}$  qui n'apparaissait pas sur le module. Ce pic correspond à une oscillation de  $9\text{mT}$  de périodicité ce qui rentre dans la zone de fréquence prévue par la théorie pour  $\phi_0^S$ . De plus, la phase étant relié au module par  $C = \frac{K}{\omega} \tan \varphi$ , nous pouvons ramener cette amplitude ( $\simeq 10^{-2}$  degrés) à la valeur en chaleur spécifique correspondante. Après calcul, cette signature traduit une variation de  $\sim 10^{-14}\text{J/K}$  ce qui est dans l'intervalle attendu (cf eq.1.60).

Allons plus loin et regardons maintenant l'effet de la température sur le pic observé en superposant sur le même graphe (fig.4.15) les moyennes de densité spectrale obtenues à  $60\text{mK}$ ,  $100\text{mK}$  et  $150\text{mK}$  (décalées les unes par rapport aux autres pour plus de lisibilité).

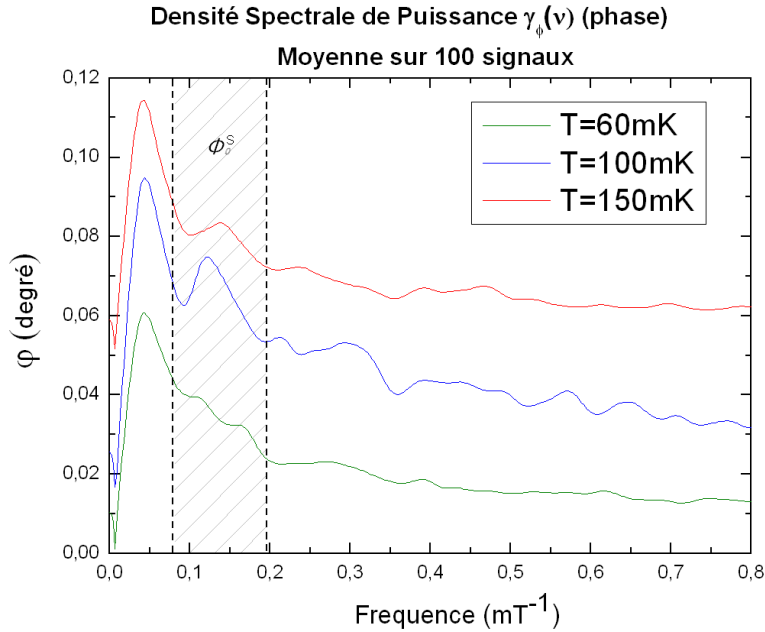


FIG. 4.15 – Moyenne des DSP calculées sur l'ensemble des  $\tan \varphi(H)$  traités à trois températures différentes.

Sur ce graphe, nous voyons que le pic observé à  $0.11\text{mT}^{-1}$  n'apparaît pas de manière concluante à  $T=60\text{mK}$ . Par contre il se manifeste clairement à  $T=100\text{mK}$  et  $T=150\text{mK}$ , son amplitude étant maximale pour  $T=100\text{mK}$ . A  $T=150\text{mK}$ , l'amplitude en phase est de  $\simeq 6.10^{-3}$  degrés ce qui correspond à un signal en chaleur spécifique de  $\sim 28k_B$  par anneau.

En supposant que cette signature soient bien due aux courants permanents, ce résultat est en contradiction avec ce qui est attendu théoriquement puisque le signal est supposé augmenter à mesure que la température diminue. Nous pouvons avancer l'hypothèse d'un lien avec l'énergie libre. En effet comme nous l'avons vu précédemment, les courants permanents par le biais de la chaleur spécifique sont proportionnels à la dérivée seconde

de l'énergie libre. Cette dernière présente peut-être une variation plus forte à 100mK qu'aux autres températures étudiées.

Enfin, nous estimons le bruit moyen atteint pour la phase à  $\Delta\varphi \sim 10^{-2}$  soit un rapport signal sur bruit de :

$$\frac{\Delta\varphi}{\varphi} \simeq \frac{10^{-2}}{180} = 6.10^{-5} \quad (4.5)$$

Le rapport signal sur bruit est donc à peu de chose près identique sur la phase et sur le module.

## 4.6 Premières conclusions

Comme nous venons de le voir, les résultats obtenus sur le module et la phase divergent. Nous constatons que la moyenne réalisée sur la densité spectrale de puissance des signaux de phase met en évidence une signature qui n'apparaît pas dans le cas du module. Cette périodicité sur  $\varphi$  apparaît à une fréquence s'inscrivant dans l'intervalle attendu pour  $\Phi_0^S$ . Le pic observé se détache clairement pour une température de 100mK. Il présente alors une amplitude de  $\simeq 10^{-2}$  degrés ce qui correspond à une variation en chaleur spécifique de  $\sim 10^{-14}$  J/K. Ceci est en accord avec les estimations réalisés pour les courants permanents. L'énergie de cette signature est d'après nos résultats comprise entre  $28k_B$  et  $72k_B$  par anneau suivant la température.

La divergence entre la phase et le module ne semble pas trouver son origine dans une différence de rapport signal sur bruit. Néanmoins, d'autres contrastes existent entre les deux composantes. Ainsi, mentionnons qu'un phénomène hors-équilibre apparaîtra uniquement sur le signal de phase et pas sur le module. Ce dernier point poserait cependant problème puisque les calculs préalables de Sergey Skipetrov tendent à montrer que le modèle hors équilibre de Kravtsov et Altshuler n'entraîne aucune signature calorimétrique.

Dans le prochain chapitre, nous exposerons des résultats obtenus sur un réseau supraconducteur qui nous permettront d'approfondir ces questions de manifestation hors équilibre et d'aborder plus précisément les dépendances de la phase et du module.





## Chapitre 5

# Etude d'un réseau hexagonal supraconducteur

Dans le chapitre précédent, nous avons vu que la phase d'un signal de chaleur spécifique pouvait se révéler porteuse d'informations non accessibles par le biais du module. Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats obtenus en étudiant un réseau hexagonal supraconducteur et nous allons nous apercevoir qu'une fois encore la phase se révèle plus riche en enseignements que le module. Dans un premier temps, nous allons expliquer la problématique physique étudiée avec les réseaux supraconducteurs. Nous aborderons ensuite l'échantillon en question et le protocole expérimental. Nous finirons avec les résultats obtenus.

### 5.1 Frustration magnétique dans un réseau hexagonal

Les supraconducteurs sont des matériaux présentant des propriétés remarquables. Ils vont en effet afficher une résistivité nulle pour une température très basse, inférieure à une valeur précise appelée température critique  $T_C$  qui marque la frontière entre l'état dit normal du matériau ( $T > T_C$ ) et son état supraconducteur ( $T < T_C$ ). De plus, dans son état supraconducteur, tout champ magnétique sera expulsé par le matériau. Ces caractéristiques furent découvertes par le néerlandais Kamerlingh Onnes en 1911.

Au cours des années, les réseaux supraconducteurs ont été de nombreuses fois étudiés de par leur propriétés complexes et variées sous champ magnétique. De manière générale, ces propriétés sont dues à la présence de phénomènes de frustration ; phénomènes pouvant apparaître dans de nombreux systèmes tels que les verres de spin ou les réseaux neuronaux. Les différentes expériences réalisées sur des réseaux supraconducteurs ont montré une forte connexion entre les propriétés de transition de phase et la géométrie des réseaux considérés. Cette dépendance est illustrée par les expériences originales de Little-Parks en 1962. Ces derniers mirent en effet en évidence l'oscillation périodique de la température

---

critique de transition normal-supraconducteur (N-S) d'un cylindre en fonction du champ magnétique le traversant [101].

Des études théoriques portant sur des réseaux supraconducteurs complexes apparurent en 1981 avec les travaux de P.G. de Gennes [102]. Ces derniers furent repris et généralisés par Alexander en 1983 [103, 104] prédisant théoriquement un comportement particulier du diagramme de phase pour un réseau supraconducteur.

Ceci fut confirmé expérimentalement la même année par Pannetier *et al.* [105]. Dans leur article, ils rapportent les variations périodiques de la température critique d'un réseau 2D en forme de nid d'abeilles et constitué d'une épaisseur de 100nm d'indium. Ils mesurèrent l'année suivante la dépendance en champ de  $T_C$  mais cette fois pour un réseau carré d'aluminium [106]. La principale observation qu'ils ont faite est l'oscillation de période  $\phi_0^S = h/2e$  (correspondant à une cellule du réseau) de la température critique en fonction du champ magnétique comme nous pouvons le voir sur le haut de la fig.5.1.

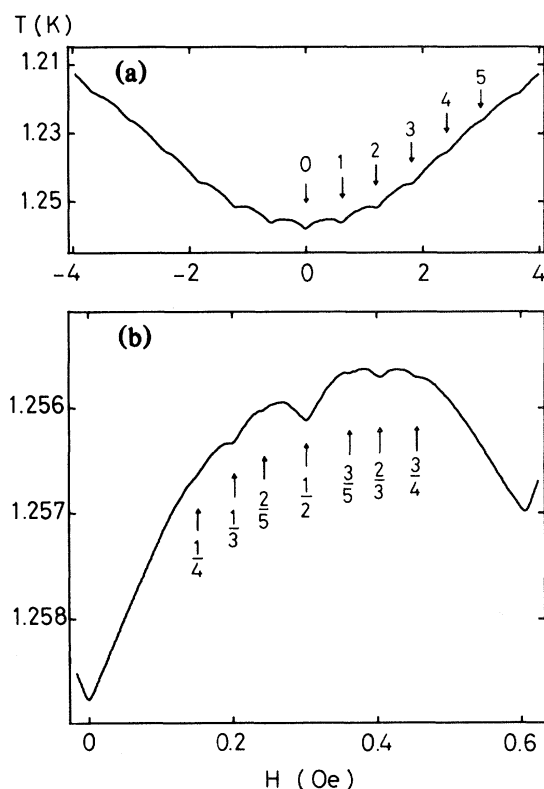


FIG. 5.1 – Variation de la température critique en fonction du champ magnétique.

Plus remarquablement, ils ont observés (en bas de la fig.5.1) des structures secondaires correspondant à des valeurs fractionnées du quantum de flux cohérentes avec les prédictions théoriques. Ceci s'explique par le fait que les courants traversant le réseau vont présenter différentes configurations et englober un nombre plus ou moins grand de cellule de sorte que l'énergie libre du système soit minimale.

Durant cette thèse, nous nous sommes intéressés à cette problématique et, sachant que les variations attendues se répercutent sur la capacité calorifique du système, nous avons décidé de l'aborder sous un angle thermique en accord avec l'axe de recherche de l'équipe. Dans la suite du manuscrit nous allons présenter les premières mesures en calorimétrie-ac qui ont été faites tout en gardant à l'esprit qu'il s'agissait là d'un travail d'exploration préliminaire.

## 5.2 Protocole expérimental

### 5.2.1 Echantillon étudié

Nous avons étudié un réseau de ce type constitué d'aluminium. Nous avons cherché à mesurer la chaleur spécifique d'un tel réseau sous différentes conditions. Le capteur utilisé est du même type que celui décrit dans le chapitre 2 de ce manuscrit et utilisé pour les courants permanents.

Le réseau a été déposé sur la membrane entre le chauffage et le thermomètre. Sa lithographie a été réalisée à la PTA (Plateforme Technologique Amont) de Grenoble sur un marqueur XX en collaboration avec Gilles Gaudin. Ce dernier, outre une grande vitesse d'exécution, a permis de faire des raccords extrêmement précis entre les champs de lithographie constituant le réseau final. Ce dernier point est important car il permet de limiter au maximum tout effet de bord, ceux-ci induisant des perturbations gênantes pour la mesure. La fig.5.2 montre une image MEB du réseau hexagonal obtenu.

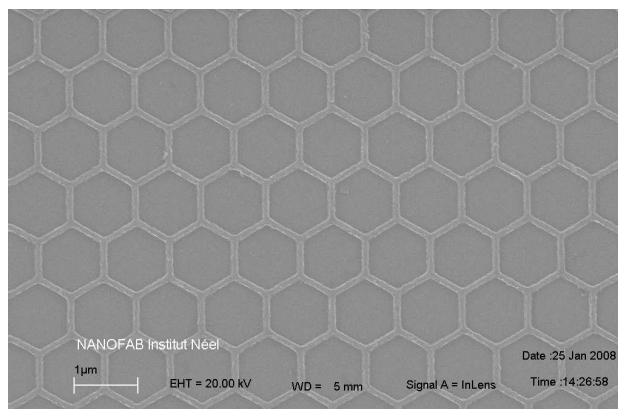


FIG. 5.2 – Image MEB du réseau hexagonal supraconducteur étudié.

Les dimensions du réseau sont de  $3\text{mm} \times 2\text{mm}$  et chaque cellule le composant a une longueur de  $495\text{nm}$  de côté et de  $120\text{nm}$  de largeur de bras (cf. fig.5.3). Il présente une

épaisseur de 35nm d'aluminium. La masse totale d'aluminium sur la membrane est approximativement de 100ng. Il faut noter que la lithographie d'un tel réseau sur la membrane du capteur est un peu plus ardue que dans le cas des anneaux précédents qui étaient indépendants les uns des autres. En effet dans le cas présent, le réseau étant continu, il y a un risque qu'il court-circuite le chauffage et le thermomètre. Il a donc fallu le placer précisément entre les deux.

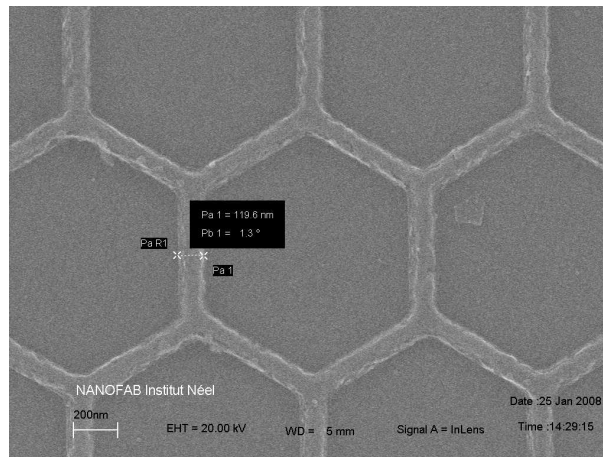


FIG. 5.3 – Image MEB d'une cellule du réseau hexagonal supraconducteur étudié.

Une fois à froid, le capteur a été caractérisé de la même manière que précédemment afin de déterminer la fréquence de travail ainsi que la résistance du thermomètre en fonction de la température. Il faut préciser que ne travaillant plus en dilution la largeur des bras a été maintenue à  $40\mu\text{m}$  et que la fréquence de travail est choisie sur le plateau adiabatique à  $\sim 35\text{Hz}$ .

## 5.2.2 Installation expérimentale

La physique intervenant dans notre étude ne nécessitant pas des températures extrêmement basses, l'ensemble des mesures ont été réalisées dans un cryostat à hélium 3. En refroidissant progressivement on peut, à l'aide d'un circuit d'hélium 3 condensé, atteindre une température de 500mK. Le fonctionnement du cryostat est décrit fig.5.4.

Le porte-échantillon est placé au cœur d'une bobine supraconductrice ayant une caractéristique de 116mT/A et pilotée par un Valhalla 2500EP. L'ensemble de la chaîne de mesure est quant à elle similaire à celle utilisée précédemment. Il en va de même pour les différents logiciels informatiques contrôlant la température de régulation (TRMC2) ainsi que l'acquisition des données (Probid).

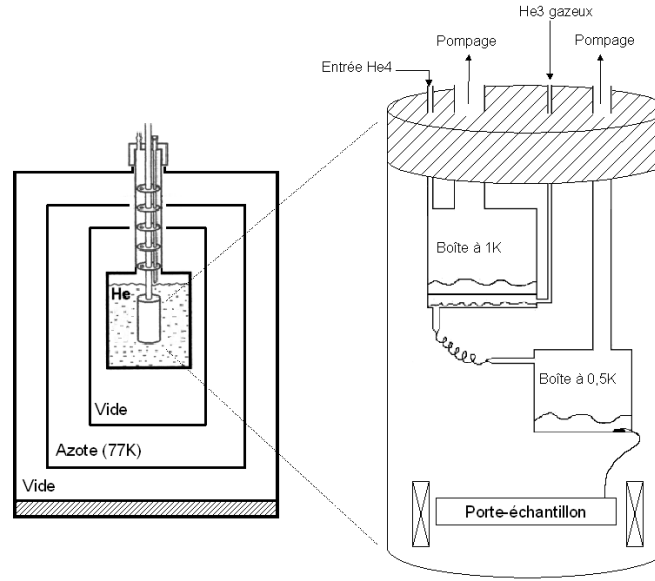


FIG. 5.4 – Schéma du cryostat à hélium 3.

### 5.2.3 Périodicité en chaleur spécifique attendue

Comme expliqué au début de ce chapitre, les courants traversant les différentes cellules du réseau pourront être modulés par l'application d'un champ magnétique. Nous nous attendons à une périodicité en champ de période  $\phi_0^S$  relative à la surface d'une cellule hexagonale.

Déterminons la fréquence d'oscillation attendue pour une cellule du réseau étudié. Le quantum de flux est donné par :  $\phi_0 = BS$  où  $S$  est la surface délimitée par une cellule. Connaissant les dimensions d'un hexagone (cf 5.3), on peut déterminer la surface intérieure :

$$S = \frac{3\sqrt{3}}{2}a^2 = 0.528\mu m^2 \quad (5.1)$$

avec  $a$  la longueur d'un côté.

Ceci nous donne une périodicité attendue en champ de  $B = 3.1\text{mT}$  pour  $\phi_0^S = h/2e$ . Or comme nous l'avons vu, rien ne nous permet de connaître précisément le parcours qui sera suivi par le courant à l'intérieur du réseau et des valeurs fractionnées du quantum de flux peuvent apparaître. La périodicité attendue pour une cellule unique servira donc de valeur référence et nous permettra éventuellement de connaître le nombre de cellules hexagonales incluses dans la boucle parcourue par le courant.

## 5.3 Résultats expérimentaux

### 5.3.1 Transition normal-supraconducteur

Avant de nous lancer dans l'étude sous champ magnétique, un certain nombre de mesures préalables étaient nécessaires. En effet, le réseau étudié étant avant toute chose constitué d'un métal supraconducteur, l'aluminium, nous avons donc cherché à déterminer la transition de phase N-S. Nous avons donc réalisé à champ magnétique nul une mesure de chaleur spécifique en fonction de la température en balayant de 825mK à 2K par pas de 1mK (avec un temps d'intégration de 30s par points). Le résultat obtenu est donné fig.5.5.

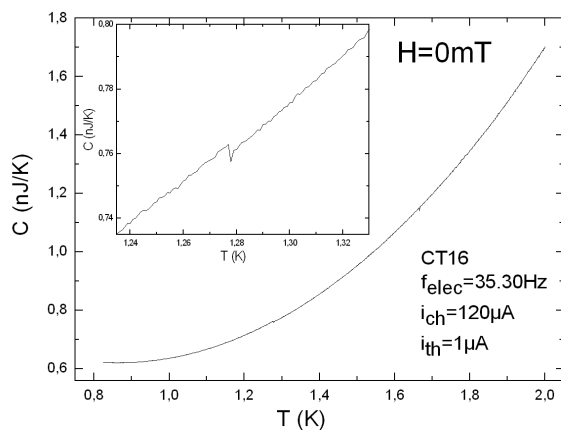


FIG. 5.5 – Variation de  $C$  en fonction de la température à champ magnétique nul.

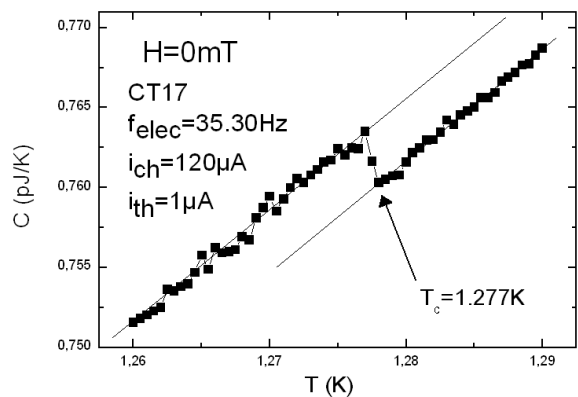
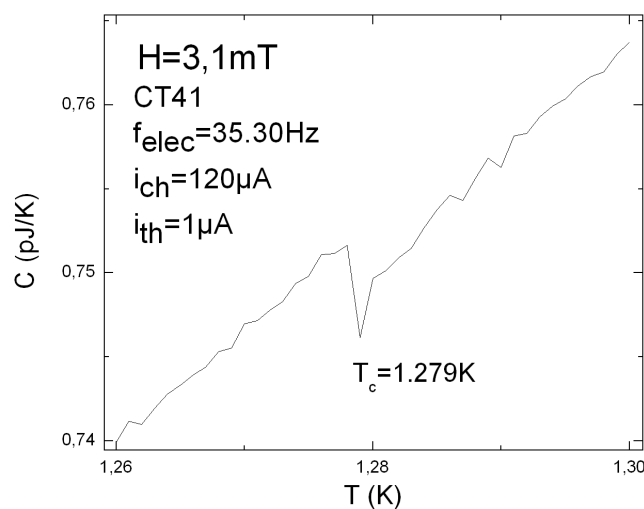


FIG. 5.6 – Zoom sur la zone de transition.

Cette mesure (fig.5.5) nous a permis de détecter le saut de transition aux alentours de 1.27K. Nous avons donc réalisé une rampe en température plus précise dans cette zone en balayant de 1.26K à 1.29K par pas de 0.5mK (toujours à champ nul). La courbe obtenue est donnée sur la fig.5.6. Nous pouvons clairement voir la transition N-S à la température de 1.277K. Le saut en chaleur spécifique est de  $\sim 3.5\text{pJ/K}$  ce qui est cohérent pour 100ng d'aluminium sur la membrane.

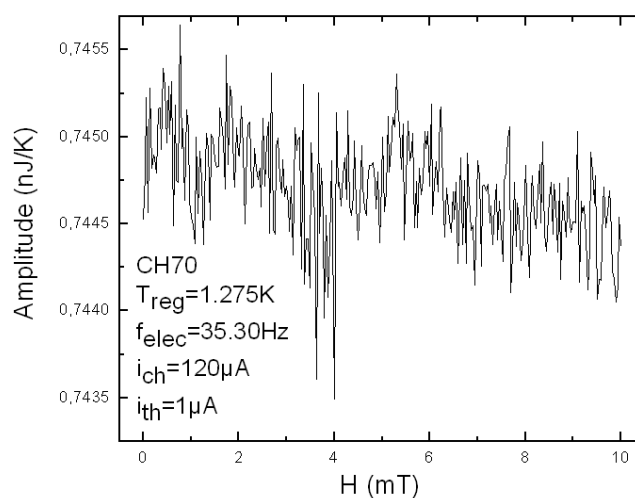
Suite à ces mesures, nous avons étudié l'effet du champ magnétique sur cette transition. Nous avons donc réalisé un balayage en température strictement identique mais cette fois sous champ magnétique. La fig.5.7 donne la mesure obtenue pour un champ magnétique valant un quantum de flux  $\Phi_0$ .

Mais comme nous pouvons le constater, aucune différence particulière n'est apparue. Il ne semble pas y avoir de déplacement de la température critique sous champ magnétique.

FIG. 5.7 – Variation de  $C$  en fonction de la température sous champ magnétique.

### 5.3.2 Mesure du module et de la phase sous champ magnétique

Par la suite, nous avons réalisé une mesure de chaleur spécifique de la membrane en faisant varier  $H$  afin d'observer la modulation en champ magnétique des courants traversant le réseau hexagonal. Comme pour les courants permanents, l'étude a porté à la fois sur le module et sur la phase. La courbe ci-dessous donne le résultat obtenu pour un balayage en champ allant de 0mT à 10mT par pas de  $\sim 0.035\text{mT}$ . La mesure a été réalisée à proximité de la transition normal-supra à une température de 1.275K. Le temps d'acquisition était de 30 secondes par point.

FIG. 5.8 – Variation de  $C$  en fonction du champ magnétique  $H$ .



En observant cette courbe, nous nous apercevons qu'aucune périodicité de  $C_p$  en champ avec  $\phi_0^S=3.1\text{mT}$  ne semble présente. Cette observation est constante quelle que soit la température appliquée.

Ceci est surprenant et très différent des études similaires menées sur des anneaux supraconducteurs de même dimension [64, 67]. Nous avons donc tourné notre regard vers le signal de la phase ce qui s'est révélé nettement plus concluant. La courbe donnée fig.5.9 donne le signal de phase correspondant à la mesure fig.5.8.

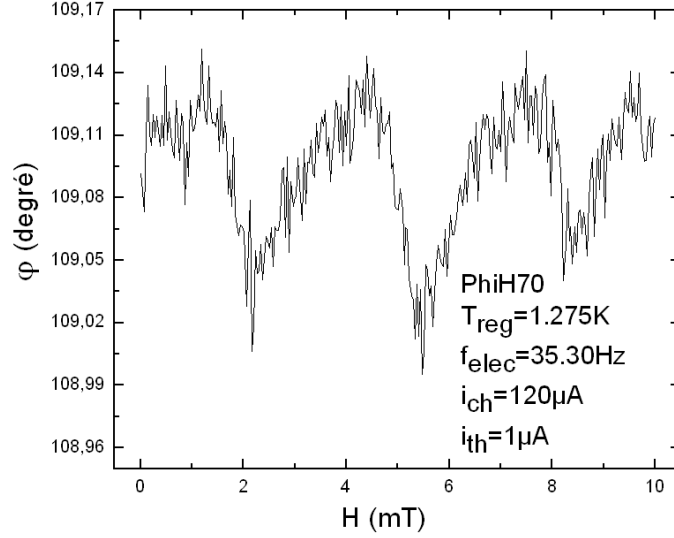


FIG. 5.9 – Variation de  $\varphi$  en fonction du champ magnétique  $H$ , à une température très proche de  $T_C$ .

Comme nous pouvons le voir, le signal obtenu oscille avec le champ magnétique. La périodicité observée est estimée à  $3.21\text{mT}$  (fréquence de  $0.31\text{mT}^{-1}$ ). Ce résultat correspond au  $\Phi_0^S$  estimée théoriquement. Ceci laisse à penser que nous observons ici le courant circulant sur le pourtour d'une cellule unique.

Pour finir, il faut préciser que nous avons obtenu quelques courbes où une périodicité pouvait être décelée à la fois sur la phase et sur le module. La fig.5.10 est l'une d'entre elles. Malgré la différence d'amplitude, nous observons une périodicité identique de  $\sim 0.05\text{mT}$  sur les deux composantes.

### 5.3.3 Influence de la température sur les oscillations observées

Après avoir observé ces oscillations, nous nous sommes intéressés à l'influence que pouvait avoir la température. Une variation en champ réalisée dans des conditions similaires que PhiH70 mais à une température de  $2\text{K}$  s'est soldée par une disparition des oscillations comme nous pouvons le voir sur la fig.5.11.

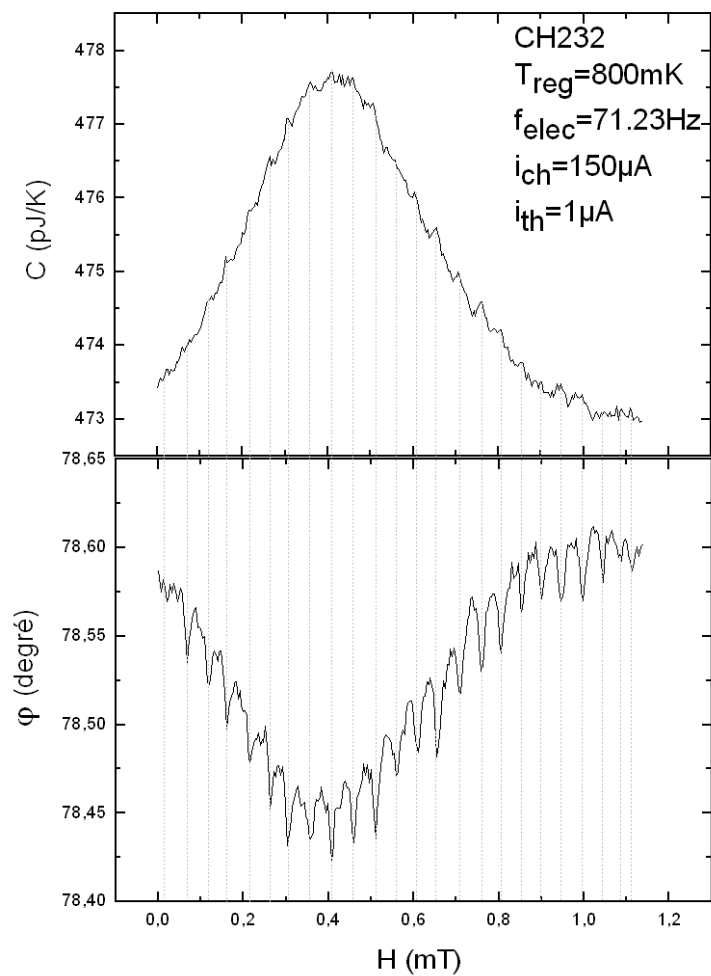


FIG. 5.10 – Variation de  $C$  et  $\varphi$  en fonction du champ magnétique  $H$ , à une température  $T=800\text{mK}$ .

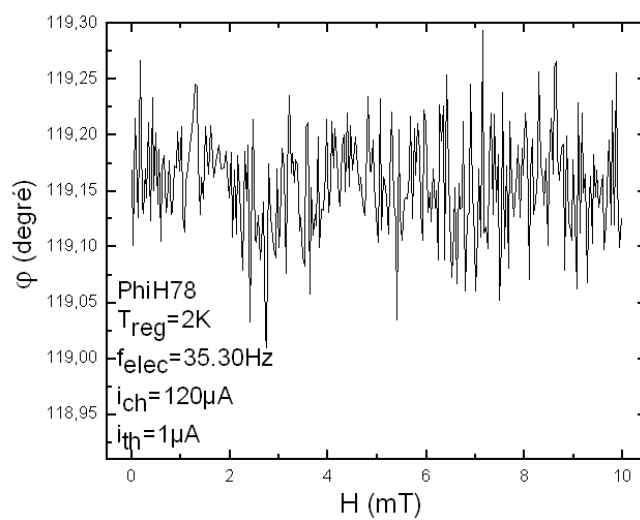


FIG. 5.11 – Variation de  $\varphi$  en fonction du champ magnétique  $H$  à  $T=2\text{K}$ .

En ce qui concerne l'influence potentielle de la température sur la fréquence d'oscillation, il est apparu qu'il n'y en avait pas. La fig.5.12 nous donne la périodicité des oscillations en fonction de différentes températures. Chaque point a été obtenu en réalisant une rampe en champ allant de 0mT à 1.137mT par pas de 0.004mT.

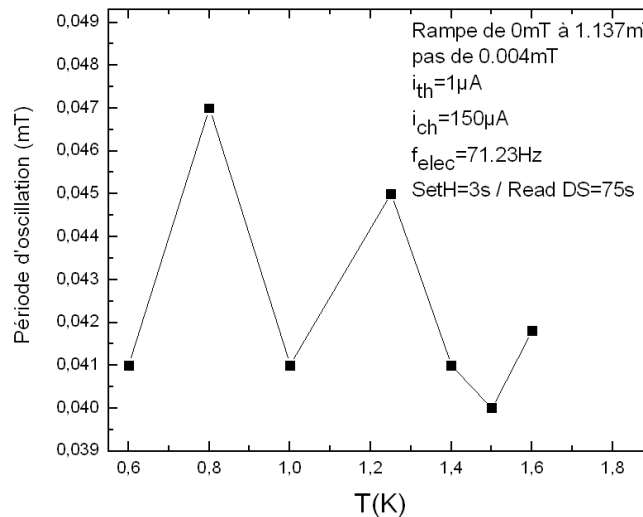


FIG. 5.12 – Variation de la périodicité en fonction de la température.

On constate que la périodicité reste relativement constante, aux alentours de 0.043mT. La température n'influe donc pas sur la nature des oscillations. On peut également voir que des oscillations sont observées jusqu'à 1.6K ce qui est au dessus de la température critique  $T_c$ . Ce dernier point illustre la complexité des mesures effectuées. Il est probable qu'une dépendance importante de notre échantillon vis à vis de son histoire magnétique en soit à l'origine. Enfin, nous pouvons remarquer que la périodicité de 0.04mT relevée ici diffère de celle observée pour la fig.5.9. En effet entre les deux expériences, un paramètre a été modifié : le temps d'intégration sur un point. Ce paramètre s'est révélé avoir une grande influence sur la périodicité comme nous allons le voir maintenant.

### 5.3.4 Influence du temps d'intégration sur les oscillations observées

Il s'est avéré au fil des mesures que le temps d'intégration pour chaque valeur en champ avait une influence considérable sur la période des oscillations en phase obtenues. Nous avons donc réalisé une série de mesures (balayage en champ de 0mT à 1.137mT par pas de 0.004mT) afin d'obtenir la variation de périodicité en fonction du temps de moyennage sur chaque point en champ. Le résultat est donné fig.5.13.

Sur cette figure, réalisée à une température de 600mK, nous pouvons nous apercevoir

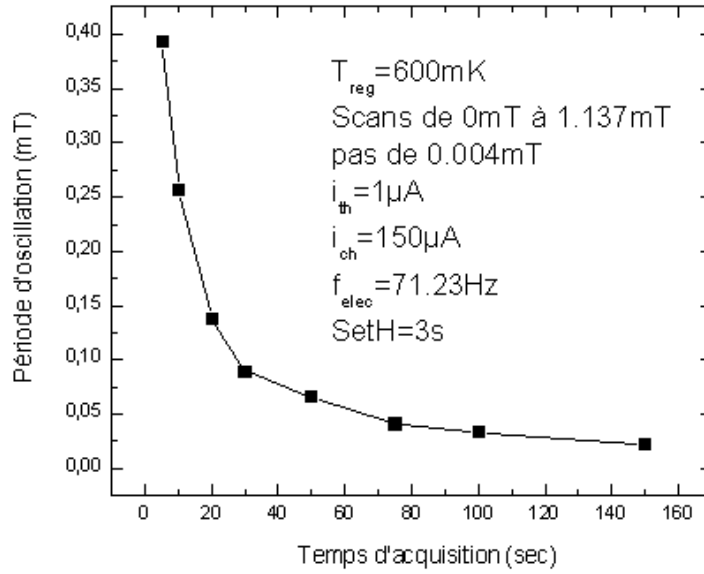


FIG. 5.13 – Variation de la périodicité en fonction du temps d'acquisition pour chaque point en champ.

que plus l'on moyenne sur le temps pour chaque valeur de champ et plus la période d'oscillation diminue. Cette décroissance est exponentielle et présente un temps caractéristique d'environ 15 secondes. Des mesures similaires ont été effectuées à 800 mK et 1 K et donnent des résultats et des temps de décroissance caractéristiques identiques.

On peut se demander si la présence d'un temps de décroissance caractéristique ne serait pas dû à la présence de phénomènes hors-équilibre. De la même manière, nous pouvons avancer l'hypothèse d'un phénomène de recrutement à savoir que plus nous attendons et plus le nombre de cellules mises en jeu et impliquées dans la circulation des courants est important. Ceci pourrait expliquer la décroissance observée.

### 5.3.5 Influence du pas en champ sur les oscillations observées

Pour finir, regardons l'influence de l'échantillonnage en champ en comparant deux courbes présentant les mêmes paramètres de mesures à l'exception du pas en champ entre deux valeurs mesurées (fig. 5.14). La première courbe présente un pas de 0.116 mT entre deux points et la seconde un pas deux fois plus important soit 0.232 mT.

Après analyse avec une transformée de Fourier, il s'est révélé que la première courbe oscillait à une fréquence de  $0.16 \text{ mT}^{-1}$  et la seconde à une fréquence deux fois plus faible soit  $0.07 \text{ mT}^{-1}$ . Nous sommes donc tenté de dire que plus le pas en champ augmente et plus il en va de même pour la période d'oscillation. Des mesures supplémentaires pourraient se révéler intéressantes.

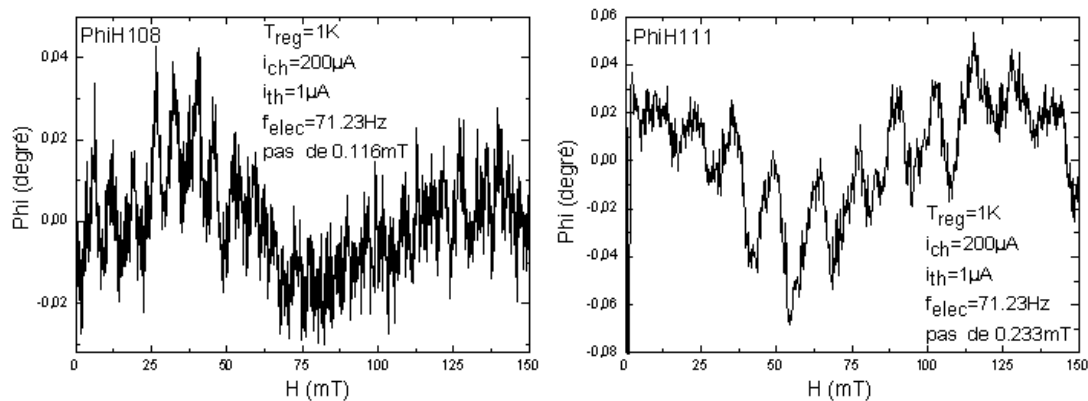


FIG. 5.14 – Variation de la phase en champ pour deux pas différents : 0.116mT (à gauche) et 0.233mT (à droite).

## 5.4 Traitement du signal

### 5.4.1 Protocole

Comme nous l'avons vu, les variations obtenues ne laissent pas de doutes sur la présence ou non d'une oscillation. Un traitement plus poussé des signaux a néanmoins été effectué afin de voir si de nouvelles informations pouvaient en découler.

Le traitement en question est relativement proche de celui appliqué au cas des courants permanents à savoir une soustraction du background par un fit polynomial de degré trois suivi d'une densité spectrale de puissance permettant de faire ressortir la périodicité.

La principale différence est l'ajout d'une analyse temps-fréquence des signaux. En effet, les signaux étant susceptibles de présenter des modifications et d'être non stationnaire en champ magnétique, il est intéressant de se livrer à une telle analyse. La représentation utilisée est la distribution de pseudo Wigner-Ville lissée qui est une version filtrée de la distribution de Wigner-Ville "classique" dont la formule est indiquée ci-dessous avec des notations en champ et fréquence magnétique :

$$W(h, \nu) = \int f\left(h + \frac{\tau}{2}\right) \cdot f^*\left(h - \frac{\tau}{2}\right) e^{-2\pi i \nu \tau} d\tau \quad (5.2)$$

### 5.4.2 Résultats

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés au résultat d'une analyse temps-fréquence réalisée à  $T=1K$  sur un large balayage en champ allant de 0mT à 400mT par pas de 0.233mT. Le but de cette étude est d'obtenir des informations sur la valeur du champ

critique que nous n'avons pas pu déterminer de manière plus traditionnelle. La figure 5.15 donne sur le graphe du haut le signal de la phase en fonction du champ magnétique (après soustraction de toute tendance) et sur celui du bas le résultat obtenu par traitement temps-fréquence.

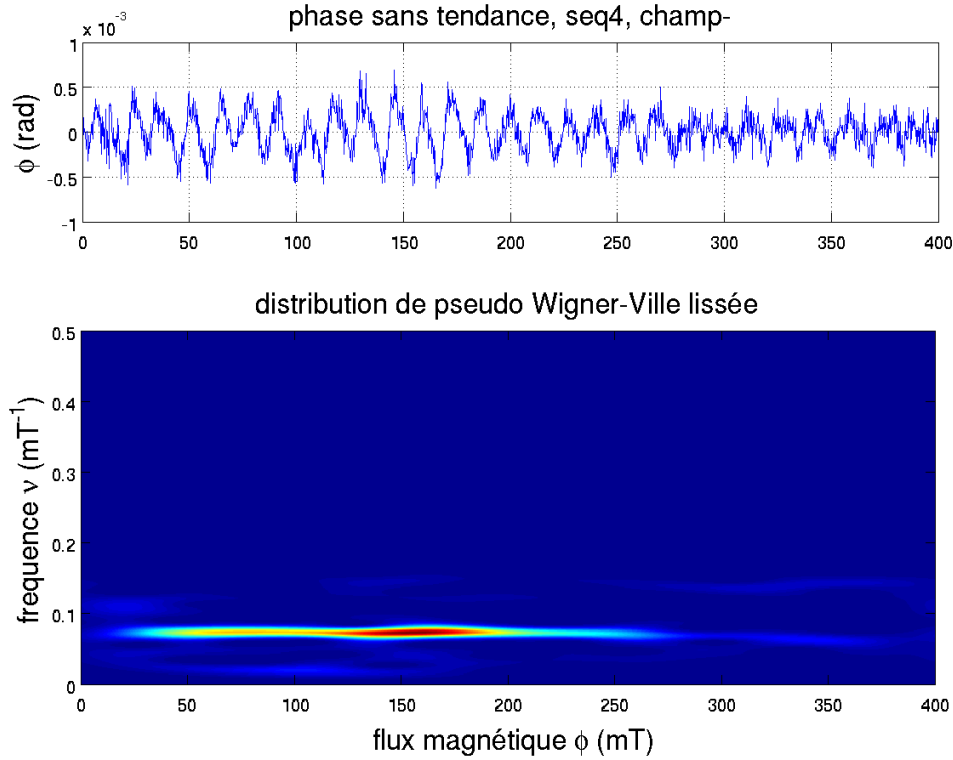


FIG. 5.15 – Représentation temps-fréquence de la périodicité d'un signal  $\varphi(H)$ .

Il apparaît clairement sur cette figure un signal à une fréquence de  $0.07 \text{mT}^{-1}$  soit une période d'oscillation de  $\sim 14 \text{mT}$ . Ce signal va progressivement s'atténuer aux alentours de 200 mT avant de disparaître complètement. Des courbes similaires dans leur acquisition mais réalisées à  $T=2\text{K}$  donnent le même résultat que ce soit pour la fréquence d'oscillation que pour l'atténuation constatée.

Une attention plus poussée a permis de remarquer que la distribution de Wigner-Ville lissée présentait autour de 50 mT une composante dont la fréquence correspond à la moitié de la fréquence principale à  $0.07 \text{mT}^{-1}$ . La fig.5.16 illustre ce phénomène. Elle nous donne à gauche la distribution Wigner-Ville pour une courbe en champ telle qu'on l'obtient directement et à droite la même distribution mais dont les composantes de plus fortes énergies ont été filtrées dans la zone qui nous intéresse.

Comme nous pouvons le voir à gauche sur la fig.5.16, la fréquence secondaire observée perd de l'énergie juste après 50 mT avant de revenir de manière plus marquée vers 250 mT. Ce phénomène n'est pas clairement compris.

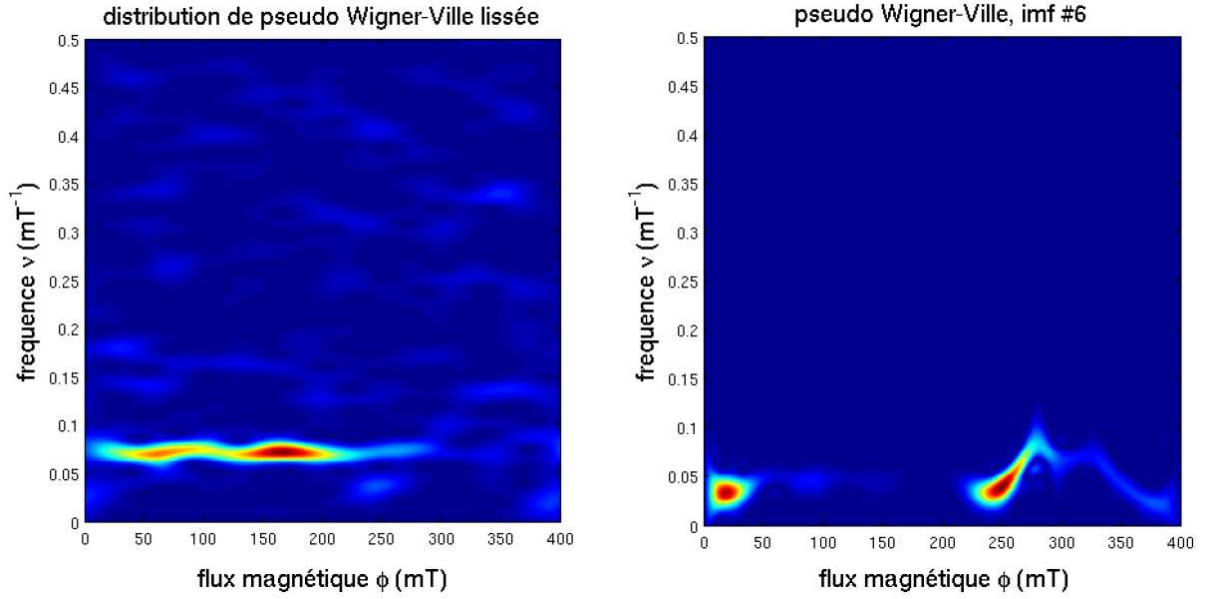


FIG. 5.16 – Mise en évidence de la présence d'une fréquence secondaire dans la distribution de Wigner-Ville.

Pour finir, nous évoquerons un résultat particulier observé sur une rampe en champ de 0mT à 100mT par pas de 0.101mT et réalisée à 1.5K. L'analyse temps-fréquence de cette courbe (fig. 5.17) fait apparaître un saut important de la fréquence d'oscillation au cours de la rampe en champ.

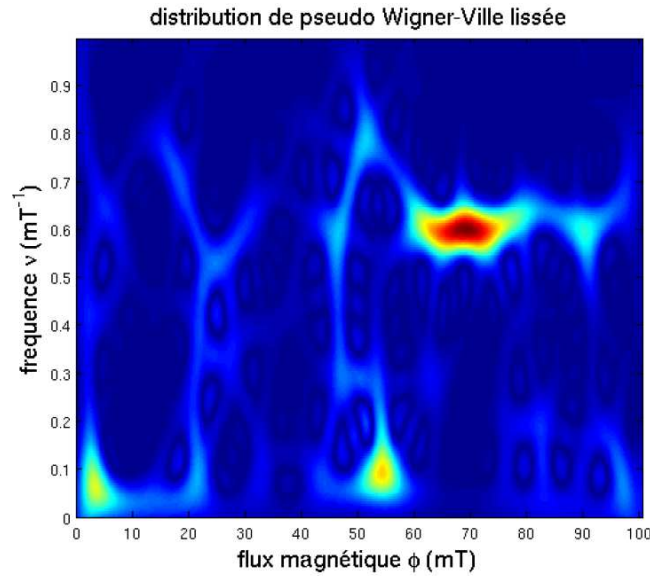


FIG. 5.17 – Saut en fréquence.

Ce saut se produit à  $\sim 50\text{mT}$  et voit la période des oscillations passer brusquement de  $0.1\text{mT}^{-1}$  à  $0.6\text{mT}^{-1}$ . Comme dans le cas de la fréquence secondaire, ce comportement n'est pas compris. Comme nous pouvons le constater, un important travail d'interprétation reste encore à accomplir.

## 5.5 Conclusions

Les résultats obtenus avec cette étude sont complexes à interpréter mais ils ont pour mérite d'attester clairement de la présence d'un phénomène physique. Les multiples périodicités observées en fonction de certains paramètres montrent l'importance du protocole de mesure. Plus globalement, nous pouvons légitimement nous interroger sur l'influence de l'histoire magnétique de l'échantillon sur les résultats obtenus.

De nouvelles expériences autant sur des réseaux hexagonaux que sur d'autres géométries du même type (réseau supraconducteur carré) sont donc nécessaires afin d'avoir plus de résultats, de pouvoir les comparer et ainsi avoir une vision globale des choses plus étoffée.

Pour terminer, penchons nous sur les différences de signal que nous avons pu constater entre la phase et le module. Bien qu'intrinsèquement liées, ces deux valeurs présentent néanmoins une dépendance un peu différente vis à vis des degrés de libertés du système dont les variations d'énergie apparaissent sur le signal de chaleur spécifique. Pour s'en convaincre, il nous faut nous ramener à l'expression complexe de la chaleur spécifique,  $C = C' - iC''$ .

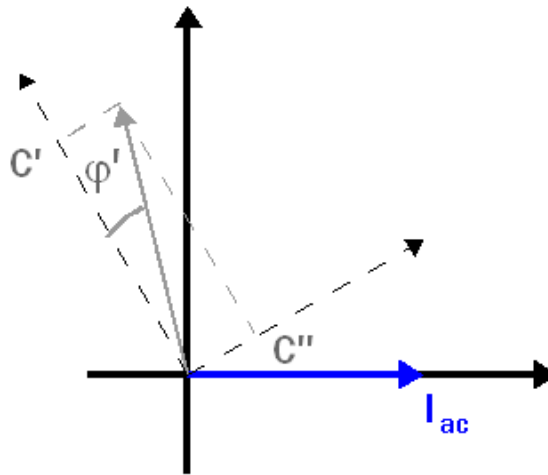


FIG. 5.18 – Composante complexe de la chaleur spécifique.

La figure 5.18 nous permet d'exprimer le module  $|C|$  et la phase  $\tan\varphi'$  de la chaleur



spécifique en fonction de  $C'$  et  $C''$ .

$$|C| = \sqrt{C'^2 + C''^2} \text{ et } \tan\varphi' = \frac{C''}{C'} \quad (5.3)$$

Or,  $C''$  ayant une dépendance plus importante vis à vis des phénomènes hors équilibre que  $C'$ , ces deux grandeurs présentent un comportement différent en fonction de la fréquence de travail  $\omega$  comme nous pouvons le voir figure 5.19.

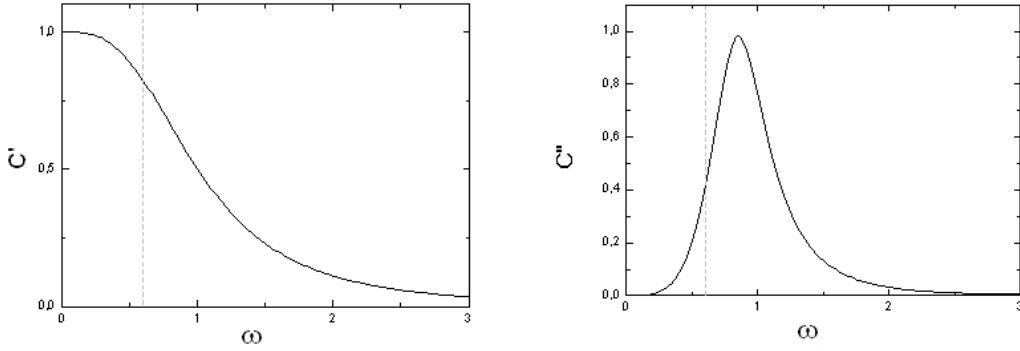


FIG. 5.19 – Composantes complexes  $C'$  et  $C''$  de la chaleur spécifique en fonction de la fréquence de travail  $\omega$ .

Les mesures qui ont été réalisées durant cette thèse utilisant une fréquence  $\omega$  faible (représentée en pointillée sur la figure 5.19), on a  $C''$  très inférieur à  $C'$ . Ainsi, en faisant un développement limité des expressions (5.3) pour  $C'' \ll C'$ , on obtient que :

$$|C| = C' + \frac{1}{2} \frac{C''^2}{C'} \text{ et } \varphi' \simeq \frac{C''}{C'} \quad (5.4)$$

On voit clairement que sur le module, la contribution due à  $C''$  est négligeable par rapport à celle due à  $C'$ . Par contre, elle ne le sera plus sur la phase pouvant donc y apporter une contribution non négligeable et non visible sur le module.

Allons un peu plus loin et détaillons les expressions de  $C'$  et  $C''$  [107] :

$$C' = C_\infty + \frac{C_0 - C_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (5.5)$$

$$C'' = \frac{(C_0 - C_\infty)\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (5.6)$$

où  $\omega$  est la fréquence de travail,  $\tau$  le temps de relaxation.  $C_0$  est la valeur de chaleur spécifique obtenue lorsque la fréquence  $\omega$  tend vers zéro et que donc l'ensemble des degrés de liberté du système sont excités.  $C_\infty$  est quant à elle la valeur de chaleur spécifique obtenue pour une fréquence de travail plus élevée de telle sorte que les degrés de liberté du système dont le temps de relaxation  $\tau$  vérifie  $\omega \gg \frac{1}{\tau}$  seront 'gelés'. On a donc logiquement que le signal de  $C_\infty$  est inclus dans celui de  $C_0$ .

Si l'on considère ces dépendances par rapport à  $C_0$  et  $C_\infty$ , la phase et le module deviennent :

$$\varphi' = \arctan \left( \frac{(C_0 - C_\infty \omega \tau)}{C_0 + C_\infty (\omega \tau)^2} \right) \quad (5.7)$$

$$|C| \simeq C_0 \left( 1 + 2 \frac{C_\infty}{C_0} (\omega \tau)^2 + \left( \frac{C_0 - C_\infty}{C_0} \right)^2 (\omega \tau)^2 \right)^{1/2} \quad (5.8)$$

ce qui se simplifie au premier ordre en  $\omega \tau$  ( $\omega \tau \ll 1$ ) :

$$\varphi' \simeq \arctan \left( \left( 1 - \frac{C_\infty}{C_0} \right) \omega \tau \right) \quad (5.9)$$

$$|C| \simeq C_0 \quad (5.10)$$

Comme nous pouvons le voir, la phase et le module de la chaleur spécifique dépendent tous les deux de  $C_0$  et vont donc traduire l'ensemble des degrés de liberté. Néanmoins, la dépendance de la phase diffère légèrement de par la présence d'un terme  $C_\infty/C_0$ .

Tout ceci ouvre une piste à l'explication d'un résultat différent entre ces deux composantes en ce qui concerne les deux études présentées (anneaux mésoscopiques, réseau supraconducteur).

Beaucoup de choses reste néanmoins encore incomprises. La nécessité de pousser plus loin la réflexion sur les réseaux supraconducteurs et de la coupler à de nouvelles expériences se manifeste clairement.



## Conclusion

Au cours de cette thèse, nous avons mesuré les variations de chaleur spécifique d'anneaux mésoscopiques traversés en leur centre par un champ magnétique. Ceci avait pour objectif de faire ressortir une périodicité en champ signalant ainsi la présence de courants permanents à l'intérieur des anneaux. Comme nous l'avons vu, ce fut une entreprise complexe qui a nécessité beaucoup d'effort et d'investissement. L'amplitude du signal que nous avons voulu mesurer étant extrêmement faible, il a été nécessaire de gagner au maximum en sensibilité sur les différents aspects de l'expérience. Ainsi, outre une électronique bas bruit, nous avons enregistré un très grand nombre de courbes (nécessitant des temps de mesure très long) et l'avons couplé à un traitement du signal poussé. Il faut également souligner qu'un important travail d'adaptation sur le capteur de chaleur spécifique a été réalisé afin de travailler aux très basses températures (inférieures à 100mK).

Résumons maintenant les principales observations que nous avons pu effectuer. Après traitement des données enregistrées, une sensibilité sur le module  $\Delta C \sim 10^{-14} \text{J/K}$  a été atteinte, soit  $\sim 10^{-21} \text{J/K}$  (moins d'une centaine de  $k_B$ ) par anneau. Le rapport  $\Delta C/C$  sur le signal était de  $\sim 10^{-4}$  ce qui est exceptionnel.

Nous n'avons pas pu observer de signature sur le module de la chaleur spécifique et ce quelle que soit la température. Par contre, une oscillation ressort sur le signal de phase dans une gamme de fréquence autour de  $0.11 \text{mT}^{-1}$  en accord avec la périodicité des courants permanents avancée théoriquement. Cette signature présente un maximum d'amplitude à une température de 100mK. La variation en chaleur spécifique correspondante est de  $\sim 10^{-14} \text{J/K}$ .

Cette observation est à mettre en perspective avec les modèles théoriques des courants permanents. L'amplitude de la signature mesurée est en accord avec les calculs réalisés par Sergey Skipetrov dans le cadre des théories d'Ambegaokar Eckern mais la différence d'observation entre la phase et le module indiquerait la présence de phénomènes hors équilibre. Ceci semble contradictoire et ne nous permet pas de tirer de conclusions définitives.

En complément du projet sur les courants permanents, nous avons également étudié un réseau hexagonal supraconducteur qui a permis, de manière similaire au cas précédent, d'observer sur la phase un signal n'apparaissant pas sur le module. Nous avons constaté une oscillation de la phase du signal de chaleur spécifique en fonction du champ magnétique. Néanmoins, la périodicité de ces oscillations varie suivant les paramètres de l'expérience et ne peut être reliée à aucune prédiction théorique.

---

Au vu de ces résultats, il reste encore beaucoup de questions à propos du réseau supraconducteur hexagonal. L'interprétation des fruits de l'expérience reste à confirmer. Cependant, la présence d'un signal physique ne fait aucun doute. Il y a donc tout intérêt à persévérer sur ce problème et à réaliser de nouvelles expériences. La principale marge d'évolution qui s'offre à nous est d'aller étudier des réseaux supraconducteurs présentant de nouvelles géométries comme par exemple des réseaux carrés qui à priori ne présentent pas de frustrations comme dans le cas d'un réseau hexagonal. Toute nouvelle approche peut apporter des éléments nouveaux qui permettront d'y voir plus clair.

Consacrons maintenant quelques mots à la différence entre le module et la phase de la chaleur spécifique que nous avons rencontrée durant nos expériences. Au fil du manuscrit, nous avons amorcé quelques pistes de réflexion pouvant l'expliquer. Bien que l'expression littérale des deux composantes présentes des petites variations, leurs dépendances sont globalement identiques. La présence d'effets hors équilibre paraît probable, elle pourrait expliquer le bilan de ces expériences.

Finalement, cette thèse de par les mesures réalisées a apporté de multiples nouveaux éléments aux problèmes traités. Elle n'a certes pas pu répondre à la totalité des questions présentes initialement et en a même soulevé de nouvelles. Elle a néanmoins permis des avancées notables qui ouvrent la voie à différentes expériences en particulier sur les super-réseaux supraconducteurs.

---

## Annexe A

### Tableau récapitulatif sur les courants permanents

Le tableau ci-dessous récapitule l'amplitude des courants permanents prévue dans le cadre des différentes théories présentées au cours du premier chapitre de ce manuscrit. Il sépare le cas d'un anneau unique de celui d'une grande assemblée d'anneaux. Pour finir, il indique les résultats expérimentaux qui ont été obtenus ainsi que la fourchette d'amplitude sur la chaleur spécifique attendue théoriquement.

	Anneau unique	Assemblée d'anneau
Théorie sans interaction	$L < l_e, \simeq \frac{ev_F}{L}$ $L > l_e, \simeq \frac{ev_F l_e}{L^2}$	$\simeq \Delta$
Théorie avec interaction	"	$\sim \frac{e}{10\tau_D}$
Théorie Kravtsov	-	$\sim \frac{e}{\tau_D}$
Théorie Bary-Soroker	-	$\sim \frac{e}{\tau_D}$
Expériences précédentes	$L < l_e, \sim \frac{ev_F}{L}$ [52] $L > l_e, \geq qq \frac{e}{\tau_D}$ [56]	$\frac{e}{\tau_D} \sim 10^2 \Delta$ [8]
Variation sur $C_p$ attendue	-	$1k_B < C_p < 100k_B$

TAB. A.1 – Tableau récapitulatif



## Annexe B

### Echantillons mesurés

Cette annexe présente les caractéristiques des différents échantillons mesurés durant cette thèse. Dans le tableau qui suit sont indiqués les différents motifs, les matériaux utilisés, les dimensions  $D$  des objets étudiés (le diamètre extérieur dans le cas des anneaux et des disques, les dimensions de la base dans le cas du bicouche et la longueur d'un côté de cellule dans le cas du réseau hexagonal, la largeur de bras  $w$  pour les anneaux et les cellules hexagonales), l'épaisseur  $e$  de matériau déposé, le nombre total  $N$  de motifs identiques sur la membrane et enfin  $m_{\text{tot}}$  la masse totale sur le capteur.

Echantillon	Motif	Matériau	$D$	$w$	$e(\text{nm})$	$N$	$m_{\text{tot}}$
SilD2	Anneaux	Ag	730nm	150nm	34	$2.6 \times 10^6$	251ng
SilD8	Anneaux	Ag	730nm	150nm	34	$2.9 \times 10^6$	280ng
SilD10	Anneaux	Ag	720nm	140nm	34	$3.7 \times 10^6$	330ng
SilD17	Anneaux	Ag	720nm	140nm	34	$3.3 \times 10^6$	290ng
SilD16	Anneaux	Ag	720nm	140nm	34	$3.1 \times 10^6$	280ng
SilD20	Anneaux	Ag	720nm	140nm	34	$4.3 \times 10^6$	388ng
DekC17	Bicouche	NbTi/Al	$1.54 \times 1.72\text{mm}$	-	100(NbTi) 1500(Al)	-	$10.72\mu\text{g}$
DekC10	Disques	Al	$2.5\mu\text{m}$	-	30	$2 \times 10^5$	80ng
SilD13	Disques	Al	$2.5\mu\text{m}$	-	25	$3 \times 10^5$	95ng
SilD15	Réseau hexagonal	Al	495nm	120nm	35	$1.6 \times 3.1\text{mm}$	103ng

TAB. B.1 – Caractéristiques des échantillons étudiés





# Bibliographie

- [1] London F. The quantic theory of inter-atomic currents in aromatic combinations. *Journal de physique et le radium*, 8 :397–409, 1937.
  - [2] Hund F. Calculation of the magnetic behaviour of small pieces of metal at low temperatures. *Annalen Der Physik*, 32, 1938.
  - [3] Y. Imry M. Büttiker and R. Landauer. Josephson behavior in small normal one-dimensional rings. *Physics Letters*, 96, Jul 1983.
  - [4] Kulik I.O. Flux quantization in a normal metal. *JETP Letters-USSR*, 11(8) :275, 1970.
  - [5] Spivak B. Z. Altshuler B. L., Aronov A. G. The aaronov-bohm effect in disordered conductors. *JETP Letters*, 33 :94, 1981.
  - [6] V. Chandrasekhar, M. J. Rooks, S. Wind, and D. E. Prober. Observation of aharonov-bohm electron interference effects with periods  $\frac{h}{e}$  and  $\frac{h}{2e}$  in individual micron-size, normal-metal rings. *Phys. Rev. Lett.*, 55(15) :1610–1613, Oct 1985.
  - [7] R. A. Webb, S. Washburn, C. P. Umbach, and R. B. Laibowitz. Observation of  $\frac{h}{e}$  aharonov-bohm oscillations in normal-metal rings. *Phys. Rev. Lett.*, 54(25) :2696–2699, Jun 1985.
  - [8] L. P. Lévy, G. Dolan, J. Dunsmuir, and H. Bouchiat. Magnetization of mesoscopic copper rings : Evidence for persistent currents. *Phys. Rev. Lett.*, 64(17) :2074–2077, Apr 1990.
  - [9] Ho-Fai Cheung, Yuval Gefen, Eberhard K. Riedel, and Wei-Heng Shih. Persistent currents in small one-dimensional metal rings. *Phys. Rev. B*, 37(11) :6050–6062, Apr 1988.
  - [10] Wilfried Rabaud. *Courants permanents dans des anneaux mésoscopiques connectés*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2001.
  - [11] N. Byers and C. N. Yang. Theoretical considerations concerning quantized magnetic flux in superconducting cylinders. *Phys. Rev. Lett.*, 7(2) :46–49, Jul 1961.
  - [12] R. Landauer and M. Büttiker. Resistance of small metallic loops. *Phys. Rev. Lett.*, 54(18) :2049–2052, May 1985.
  - [13] Y.Imry. *Introduction to mesoscopic physics, second edition*. OXFORD University Press, 2002.
-

- 
- [14] F. Bloch. Josephson effect in a superconducting ring. *Phys. Rev. B*, 2(1) :109–121, Jul 1970.
  - [15] Ho-Fai Cheung and Eberhard K. Riedel. Energy spectrum and persistent current in one-dimensional rings. *Phys. Rev. B*, 40(14) :9498–9501, Nov 1989.
  - [16] R.Bel. Rapport de stage, 2003.
  - [17] Y.Imry. *Coherence Effects in Condensed Matter Systems*. B.Kramer (Plenum, New York), 1991.
  - [18] Bouchiat H. and Montambaux G. Persistent currents in mesoscopic rings : ensemble averages and half-flux-quantum periodicity. *Journal de physique*, 50(18) :2695–2707, 1989.
  - [19] T. A. Brody, J. Flores, J. B. French, P. A. Mello, A. Pandey, and S. S. M. Wong. Random-matrix physics : spectrum and strength fluctuations. *Rev. Mod. Phys.*, 53(3) :385–479, Jul 1981.
  - [20] Hélène Bouchiat, Gilles Montambaux, and David Sigeti. Persistent currents in mesoscopic rings, conductance, and boundary conditions. *Phys. Rev. B*, 44(4) :1682–1691, Jul 1991.
  - [21] Yuval Gefen, Bertrand Reulet, and Hélène Bouchiat. Energy and current correlations in mesoscopic rings and quantum dots. *Phys. Rev. B*, 46(24) :15922–15929, Dec 1992.
  - [22] Eberhard K. Riedel and Felix von Oppen. Mesoscopic persistent current in small rings. *Phys. Rev. B*, 47(23) :15449–15459, Jun 1993.
  - [23] U. Sivan and Y. Imry. de haas-van alphen and aharonov-bohm-type persistent current oscillations in singly connected quantum dots. *Phys. Rev. Lett.*, 61(8) :1001–1004, Aug 1988.
  - [24] U. Sivan, Y. Imry, and C. Hartzstein. Aharonov-bohm and quantum hall effects in singly connected quantum dots. *Phys. Rev. B*, 39(2) :1242–1250, Jan 1989.
  - [25] Ho-Fai Cheung, Eberhard K. Riedel, and Yuval Gefen. Persistent currents in mesoscopic rings and cylinders. *Phys. Rev. Lett.*, 62(5) :587–590, Jan 1989.
  - [26] G. Montambaux, H. Bouchiat, D. Sigeti, and R. Friesner. Persistent currents in mesoscopic metallic rings : Ensemble average. *Phys. Rev. B*, 42(12) :7647–7650, Oct 1990.
  - [27] M. Büttiker, Y. Imry, R. Landauer, and S. Pinhas. Generalized many-channel conductance formula with application to small rings. *Phys. Rev. B*, 31(10) :6207–6215, May 1985.
  - [28] Yuval ; Riedel Eberhard K. Cheung, Ho-Fai ; Gefen. Isolated rings of mesoscopic dimensions. quantum coherence and persistent currents. *IBM Journal of Research and Development*, 32(3) :359–371, May 1988.
  - [29] B. L. Altshuler, Y. Gefen, and Y. Imry. Persistent differences between canonical and grand canonical averages in mesoscopic ensembles : Large paramagnetic orbital susceptibilities. *Phys. Rev. Lett.*, 66(1) :88–91, Jan 1991.
-

- 
- [30] Albert Schmid. Persistent currents in mesoscopic rings by suppression of charge fluctuations. *Phys. Rev. Lett.*, 66(1) :80–83, Jan 1991.
  - [31] Nathan Argaman, Yoseph Imry, and Uzy Smilansky. Semiclassical analysis of spectral correlations in mesoscopic systems. *Phys. Rev. B*, 47(8) :4440–4457, Feb 1993.
  - [32] U. Smilansky, S. Tomsovic, and O. Bohigas. Spectral fluctuations and transport in phase space. *Journal of Physics A Mathematical General*, 25 :3261–3273, June 1992.
  - [33] E. Doron, U. Smilansky, and T. Dittrich. The domino billiard. *Physica B : Condensed Matter*, 179(1) :1 – 5, 1992.
  - [34] Albert Schmid. Diamagnetic susceptibility at the transition to the superconducting state. *Phys. Rev.*, 180(2) :527–529, Apr 1969.
  - [35] Vinay Ambegaokar and Ulrich Eckern. Coherence and persistent currents in mesoscopic rings. *Phys. Rev. Lett.*, 65(3) :381–384, Jul 1990.
  - [36] Nathan Argaman and Yoseph Imry. Persistent currents in normal-metal mesoscopic rings : The effect of local charge neutrality. *Physica Scripta*, 1993(T49A) :333, 1993.
  - [37] Albert Schmid. Persistent currents in mesoscopic rings by suppression of charge fluctuations. *Phys. Rev. Lett.*, 66(10) :1379, Mar 1991.
  - [38] G. Bouzerar, D. Poilblanc, and G. Montambaux. Persistent currents in one-dimensional disordered rings of interacting electrons. *Phys. Rev. B*, 49(12) :8258–8262, Mar 1994.
  - [39] Michel Ramin, Bertrand Reulet, and Hélène Bouchiat. Electron-electron interactions in one- and three-dimensional mesoscopic disordered rings : A perturbative approach. *Phys. Rev. B*, 51(8) :5582–5585, Feb 1995.
  - [40] H. Kato and D. Yoshioka. Suppression of persistent currents in one-dimensional disordered rings by the coulomb interaction. *Phys. Rev. B*, 50(7) :4943–4946, Aug 1994.
  - [41] Michael Abraham and Richard Berkovits. Persistent currents in an interacting 1d disordered ring : Manifestations of the mott-hubbard transition. *Phys. Rev. Lett.*, 70(10) :1509–1512, Mar 1993.
  - [42] V. E. Kravtsov and V. I. Yudson. Direct current in mesoscopic rings induced by high-frequency electromagnetic field. *Phys. Rev. Lett.*, 70(2) :210–213, Jan 1993.
  - [43] P. Schwab and U. Eckern. Persistent current induced by magnetic impurities. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 103(1) :97–103, Feb 1997.
  - [44] Ulrich Eckern. Coherence and destruction of coherence in mesoscopic rings. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 82 :393–398, 1991. 10.1007/BF01357185.
  - [45] U. Eckern. Persistent current fluctuations in mesoscopic rings in the presence of spin effects. *Physica Scripta Volume T*, 49 :338–342, January 1993.
  - [46] P. Schwab and U. Eckern. Impurity spin dynamics and quantum coherence in mesoscopic rings. *Annalen der Physik*, 508(1) :57–87, 1996.
  - [47] H. Bary-Soroker, O. Entin-Wohlman, and Y. Imry. Effect of pair breaking on mesoscopic persistent currents well above the superconducting transition temperature. *Phys. Rev. Lett.*, 101(5) :057001, Jul 2008.
-

- 
- [48] Hélène Bouchiat. New clues in the mystery of persistent currents. *Physics*, 1 :7, Jul 2008.
- [49] B. D. Josephson. Possible new effects in superconductive tunnelling. *Physics Letters*, 1(7) :251 – 253, 1962.
- [50] H. Weinstock. *SQUID Sensors : fundamentals, fabrications and applications*. Kluwer Academic Publishers, 1996.
- [51] V. Chandrasekhar, R. A. Webb, M. J. Brady, M. B. Ketchen, W. J. Gallagher, and A. Kleinsasser. Magnetic response of a single, isolated gold loop. *Phys. Rev. Lett.*, 67(25) :3578–3581, Dec 1991.
- [52] D. Mailly, C. Chapelier, and A. Benoit. Experimental observation of persistent currents in gaas-algaas single loop. *Phys. Rev. Lett.*, 70(13) :2020–2023, Mar 1993.
- [53] D. Mailly and M. Sanquer. Sensitivity of quantum conductance fluctuations and of  $1/f$  noise to time reversal symmetry. *J.Phys. I France*, 2(4) :357–364, 1992.
- [54] Pritiraj Mohanty. Persistent current in normal metals. *Ann.Phys.*, 8 :549, 1999.
- [55] E. M. Q. Jariwala, P. Mohanty, M. B. Ketchen, and R. A. Webb. Diamagnetic persistent current in diffusive normal-metal rings. *Phys. Rev. Lett.*, 86(8) :1594–1597, Feb 2001.
- [56] Hendrik Bluhm, Nicholas C. Koshnick, Julie A. Bert, Martin E. Huber, and Kathryn A. Moler. Persistent currents in normal metal rings. *Phys. Rev. Lett.*, 102(13) :136802, Mar 2009.
- [57] Bertrand Reulet, Michel Ramin, Hélène Bouchiat, and Dominique Mailly. Dynamic response of isolated aharonov-bohm rings coupled to an electromagnetic resonator. *Phys. Rev. Lett.*, 75(1) :124–127, Jul 1995.
- [58] R. Deblock, R. Bel, B. Reulet, H. Bouchiat, and D. Mailly. Diamagnetic Orbital Response of Mesoscopic Silver Rings. *Physical Review Letters*, 89(20) :206803–+, October 2002.
- [59] R. Deblock, Y. Noat, H. Bouchiat, Bertrand Reulet, and D. Mailly. Measurements of flux-dependent screening in aharonov-bohm rings. *Physical Review Letters*, 84(23) :5379–5382, 2000.
- [60] R. Deblock, Y. Noat, Bertrand Reulet, H. Bouchiat, and D. Mailly. ac electric and magnetic responses of nonconnected aharonov-bohm rings. *Physical Review B*, 65(7) :0753011–07530114, 2002.
- [61] B. Peaudecerf E. Ginossar F. von Oppen L. Glazman J. G. E. Harris A. C. Bleszynski-Jayich, W. E. Shanks. Persistent currents in normal metal rings. *Science*, 326(5950) :272–275, 2009.
- [62] W. E. Shanks A. C. Bleszynski-Jayich and J. G. E. Harris. Noise thermometry and electron thermometry of a sample-on-cantilever system below 1 kelvin. *Applied Physics Letters*, 92(1) :013123, 2008.
- [63] Xin-E Yang and Yi-Chang Zhou. Effects of spin-orbit coupling on persistent current and electronic thermal capacity in one-dimensional conducting rings. *Phys. Rev. B*, 53(15) :10167–10170, Apr 1996.
-

- 
- [64] O. Bourgeois, S. E. Skipetrov, F. Ong, and J. Chaussy. Attojoule calorimetry of mesoscopic superconducting loops. *Phys. Rev. Lett.*, 94(5) :057007, Feb 2005.
- [65] Antoine-Laurent LAVOISIER. *Mémoire sur la chaleur, par MM. Lavoisier et de Laplace*. Patrice BRET, 1780.
- [66] P. Debye. Zur theorie der spezifischen wärmen. *Annalen der Physik*, 344(14) :789–839, 1912.
- [67] F. Ong. *Etude de supraconducteurs mésoscopiques par nanocalorimétrie*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2007.
- [68] O. Bourgeois, S. E. Skipetrov, F. Ong, and J. Chaussy. Attojoule Calorimetry of Mesoscopic Superconducting Loops. *Physical Review Letters*, 94(5) :057007–+, February 2005.
- [69] Savas Berber, Young-Kyun Kwon, and David Tománek. Unusually high thermal conductivity of carbon nanotubes. *Phys. Rev. Lett.*, 84(20) :4613–4616, May 2000.
- [70] J. Hone, M. Whitney, C. Piskoti, and A. Zettl. Thermal conductivity of single-walled carbon nanotubes. *Phys. Rev. B*, 59(4) :R2514–R2516, Jan 1999.
- [71] P. Kim, L. Shi, A. Majumdar, and P. L. McEuen. Thermal transport measurements of individual multiwalled nanotubes. *Phys. Rev. Lett.*, 87(21) :215502, Oct 2001.
- [72] Eric Pop, David Mann, Qian Wang, Kenneth Goodson, and Hongjie Dai. Thermal conductance of an individual single-wall carbon nanotube above room temperature. *Nano Letters*, 6(1) :96–100, 2006.
- [73] Luis G. C. Rego and George Kirczenow. Quantized thermal conductance of dielectric quantum wires. *Phys. Rev. Lett.*, 81(1) :232–235, Jul 1998.
- [74] K. Schwab, E. A. Henriksen, J. M. Worlock, and M. L. Roukes. Measurement of the quantum of thermal conductance. *Nature*, 404 :974–977, April 2000.
- [75] Olivier Bourgeois, Thierry Fournier, and Jacques Chaussy. Measurement of the thermal conductance of silicon nanowires at low temperature. *Journal of Applied Physics*, 101(1) :016104, 2007.
- [76] J. S. Heron, T. Fournier, N. Mingo, and O. Bourgeois. Mesoscopic size effects on the thermal conductance of silicon nanowire. *Nano Letters*, 9(5) :1861–1865, 2009.
- [77] G. R. Stewart. Measurement of low-temperature specific heat. *Review of Scientific Instruments*, 54(1) :1–11, 1983.
- [78] G. Höhne W. Hemminger. *Calorimetry : fundamentals and practice*. Vch Pub, 1984.
- [79] M. Hartmann, J. Gemmer, G. Mahler, and O. Hess. Scaling behavior of interactions in a modular quantum system and the existence of local temperature. *EPL (Europhysics Letters)*, 65(5) :613, 2004.
- [80] Michael Hartmann, Günter Mahler, and Ortwin Hess. Existence of temperature on the nanoscale. *Phys. Rev. Lett.*, 93(8) :080402, Aug 2004.
- [81] M. Hartmann and G. Mahler. Measurable consequences of the local breakdown of the concept of temperature. *EPL (Europhysics Letters)*, 70(5) :579, 2005.
-

- 
- [82] Michael Hartmann, Günter Mahler, and Ortwin Hess. Nano-thermodynamics : On the minimal length scale for the existence of temperature. *Physica E : Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 29(1-2) :66 – 73, 2005. Frontiers of Quantum.
- [83] W. Chung Fon, Keith. C. Schwab, John M. Worlock, and Michael L. Roukes. Nanoscale, phonon-coupled calorimetry with sub-attojoule/kelvin resolution. *Nano Letters*, 5(10) :1968–1971, 2005.
- [84] Functional Properties Group. Nanocalorimetry measurements. [http ://www.nist.gov/mml/ceramics/functional\\_properties/nanocalorimetry-measurements.cfm](http://www.nist.gov/mml/ceramics/functional_properties/nanocalorimetry-measurements.cfm), October 2008.
- [85] S. L. Lai, J. R. A. Carlsson, and L. H. Allen. Melting point depression of al clusters generated during the early stages of film growth : Nanocalorimetry measurements. *Applied Physics Letters*, 72(9) :1098–1100, 1998.
- [86] M. Zhang, M. Yu. Efremov, E. A. Olson, Z. S. Zhang, and L. H. Allen. Real-time heat capacity measurement during thin-film deposition by scanning nanocalorimetry. *Applied Physics Letters*, 81(20) :3801–3803, 2002.
- [87] J.-L. Garden, H. Guillou, A.F. Lopeandia, J. Richard, J.-S. Heron, G.M. Souche, F.R. Ong, B. Vianay, and O. Bourgeois. Thermodynamics of small systems by nanocalorimetry : From physical to biological nano-objects. *Thermochimica Acta*, 492(1-2) :16 – 28, 2009. Calorimetry on a Nano-scale.
- [88] F. Fominaya. *Nanocalorimétrie pour l'étude de couches minces et de micro-monocristaux : application à Mn12-acétate*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble, 1997.
- [89] Fernando Fominaya, Thierry Fournier, Philippe Gandit, and Jacques Chaussy. Nanocalorimeter for high resolution measurements of low temperature heat capacities of thin films and single crystals. *Review of Scientific Instruments*, 68(11) :4191–4195, 1997.
- [90] B. L. Zink, B. Revaz, R. Sappey, and F. Hellman. Thin film microcalorimeter for heat capacity measurements in high magnetic fields. *Review of Scientific Instruments*, 73(4) :1841–1844, 2002.
- [91] A. F. Lopeandia, E. Andre, J.-L. Garden, D. Givord, and O. Bourgeois. Highly sensitive parylene membrane-based ac-calorimeter for small mass magnetic samples. *Review of Scientific Instruments*, 81(5) :053901, 2010.
- [92] D. W. Denlinger, E. N. Abarra, Kimberly Allen, P. W. Rooney, M. T. Messer, S. K. Watson, and F. Hellman. Thin film microcalorimeter for heat capacity measurements from 1.5 to 800 k. *Review of Scientific Instruments*, 65(4) :946–959, 1994.
- [93] Paul F. Sullivan and G. Seidel. Steady-state, ac-temperature calorimetry. *Phys. Rev.*, 173(3) :679–685, Sep 1968.
- [94] E. T. Swartz and R. O. Pohl. Thermal boundary resistance. *Rev. Mod. Phys.*, 61(3) :605–668, Jul 1989.
- [95] Olivier Bourgeois, Emmanuel Andre, Cristina Macovei, and Jacques Chaussy. Liquid nitrogen to room-temperature thermometry using niobium nitride thin films. *Review of Scientific Instruments*, 77(12) :126108, 2006.
-

- 
- [96] Jean-Savin Heron, Germain Souche, Florian Ong, Philippe Gandit, Thierry Fournier, and Olivier Bourgeois. Temperature modulation measurements of the thermal properties of nanosystems at low temperatures. *Journal of Low Temperature Physics*, 154 :150–160, 2009. 10.1007/s10909-009-9866-2.
  - [97] N. E. Huang, Z. Shen, S. R. Long, M. C. Wu, H. H. Shih, Q. Zheng, N. C. Yen, C. C. Tung, and H. H. Liu. The empirical mode decomposition and the Hilbert spectrum for nonlinear and non-stationary time series analysis. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 454(1971) :903–995, March 1998.
  - [98] P. Flandrin, G. Rilling, and P. Goncalves. Empirical Mode Decomposition as a Filter Bank. *IEEE Signal Processing Letters*, 11 :112–114, February 2004.
  - [99] P. Flandrin, P. Goncalves, and G. Rilling. Detrending and denoising with empirical mode decompositions. In *EUSIPCO-04*, pages 1581–1584, 2004.
  - [100] Vincent Grulier, Sebastien Debert, Jérôme I. Mars, and Marc Pachebat. Acoustic and turbulent wavenumbers separation in wall pressure array signals using emd in spatial domain. In *ICASSP'08*, pages 333–336, 2008.
  - [101] R. D. Parks and W. A. Little. Fluxoid quantization in a multiply-connected superconductor. *Phys. Rev.*, 133(1A) :A97, Jan 1964.
  - [102] P. G. de Gennes. *C. R. Acad. Sc. Paris*, IIB :292, 1981.
  - [103] S. Alexander. Superconductivity of networks. a percolation approach to the effects of disorder. *Phys. Rev. B*, 27(3) :1541–1557, Feb 1983.
  - [104] S. Alexander and E. Halevi. Superconductivity on networks : II. The London approach. *Journal de Physique*, 44(7) :805–817, 1983.
  - [105] B. Pannetier, J. Chaussy, and R. Rammal. Experimental determination of the (H, T) phase diagram of a superconducting network. *Journal de Physique Lettres*, 44(20) :853–858, 1983.
  - [106] B. Pannetier, J. Chaussy, R. Rammal, and J. C. Villegier. Experimental fine tuning of frustration : Two-dimensional superconducting network in a magnetic field. *Phys. Rev. Lett.*, 53(19) :1845–1848, Nov 1984.
  - [107] J.-L. Garden, J. Richard, H. Guillou, and O. Bourgeois. Non-equilibrium heat capacity of polytetrafluoroethylene at room temperature. *Thermochimica Acta*, 461(1-2) :122 – 136, 2007. 9th Laehnwitzseminar 2006 Special Issue, 9th Laehnwithseminar on Calorimetry.
-



